# EGYES ANYAGSZERKEZETI ÉS MÁGNESES TULAJDONSÁGOK KAPCSOLATÁNAK ÉRTELMEZÉSE

Akadémiai doktori értekezés

Mészáros István

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Kar

> Budapest 2014

### TARTALOMJEGYZÉK

| 1.  | BEVE  | EZETÉS   | 1     |
|-----|-------|--|-------|
| 1   | .1    | Roncsolásmentes anyagvizsgálatok                                   | 1     |
| 1.  | .2 /  | A dolgozat felépítése  | 6     |
| 2.  | CÉLK  | KITŰZÉSEK  | 7     |
| 3.  | MÁG   | NESES MÉRÉSTECHNIKAI ÉS MÉRÉSMETODIKAI FEJLESZTÉSEK                | 9     |
| 3   | .1 /  | AC-magnetométer  | 9     |
| 3   | .2    | Rezgőmintás magnetométer   | 10    |
| 3   | .3 I  | DC-magnetométer  | 12    |
| 3   | .4 1  | Barkhausen-zajmérés  | 14    |
| 3   | .5 (  | Örvényáramú vezetőképesség mérés                                   | 15    |
| 3   | .6 I  | Korszerűsített DC-koerciméter                                      | 16    |
| 3   | .7 I  | Mágneses adaptív teszt   | 16    |
| 4.  | MÁG   | NESEZÉSI GÖRBÉK MODELLEZÉSE  | 18    |
| 4   | .1    | Hiszterézises folyamatok és ezek modellezésének lehetőségei        | 18    |
| 4   | .2    | Mágneses anyagok és mágnesezési görbék típusai                     | 18    |
| 4   | .3 /  | A többfázisú hiperbolikus (MH) modell fejlesztése, validálása      | 25    |
|     | 4.3.1 | Az MH-modell leírása   | 25    |
|     | 4.3.2 | Az MH-modell tesztelése és validálása                              | 28    |
|     | 4.3.3 | MBDE (Model Based Data Evaluation) eljárás kidolgozása             | 32    |
|     | 4.3.4 | Mérőfej és légrés független mérési eljárás kidolgozása             | 33    |
| 5.  | MELE  | EGSZILÁRD ACÉLOK LEROMLÁSI FOLYAMATAI                              | 38    |
| 5   | .1 I  | Melegszilárd acélok leromlási folyamatainak áttekintése            | 38    |
| 5   | .2    | Melegszilárd acélok leromlási folyamataihoz kapcsolódó vizsgálatok | 41    |
|     | 5.2.1 | Hőfárasztó igénybevétel által okozott leromlási folyamat           | 41    |
|     | 5.2.2 | Kúszási igénybevétel által okozott leromlási folyamat              | 54    |
| 6.  | FÁZI  | SÁTALAKULÁSI FOLYAMATOKHOZ KAPCSOLÓDÓ VIZSGÁLATOK                  | 62    |
| 6   | .1    | TRIP-acélok legfontosabb jellemzőiek áttekintése                   | 62    |
|     | 6.1.2 | TRIP acélon végzett vizsgálatok                                    | 63    |
| 6   | .2    | Korrózióálló acélok típusai és néhány fázisátalakulásuk            | 70    |
|     | 6.2.1 | Ausztenites korrózióálló acélon végzett vizsgálatok                | 74    |
|     | 6.2.2 | Szuperduplex korrózióálló acélon végzett vizsgálatok               | 82    |
|     | 6.2.3 | Lean-duplex korrózióálló acélon végzett vizsgálatok                | 95    |
| 7.  | ÖSSZ  | ZEFOGLALÁS   | . 107 |
| 8.  | TÉZI  | SEK  | 114   |
| 9.  | KÖSZ  | ZÖNETNYILVÁNÍTÁS   | . 118 |
| 10. | HI    | VATKOZOTT IRODALOM   | . 119 |
| 11. | SA    | JÁT PUBLIKÁCIÓK  | . 126 |
| FÜC | GELÉ  |  | I     |

### ALKALMAZOZOTT JELÖLÉSEK JEGYZÉKE

| Jelölés        | Megnevezés, magyarázat   |  |  |
|----------------|--|--|--|
| Н              | Mágneses térerősség  |  |  |
| В              | Mágneses indukció, fluxus sűrűség  |  |  |
| μ <sub>0</sub> | A "vákuum permeabilitása", mértékrendszeri illesztő tényező                  |  |  |
| μ <sub>r</sub> | Relatív permeabilitás  |  |  |
| к              | Mágneses szuszceptibilitás   |  |  |
| μ₀M            | Mágneses polarizáció   |  |  |
| М              | Mágnesezettség   |  |  |
| M <sub>0</sub> | M <sub>0</sub> Telítési mágnesezettség                                       |  |  |
| р              | Mágneses momentum  |  |  |
| SEM            | Pásztázó elektronmikroszkóp  |  |  |
| TEM            | Transzmissziós elektronmikroszkóp  |  |  |
| STM            | Pásztázó alagútmikroszkóp  |  |  |
| AFM            | Atomi erő mikroszkóp   |  |  |
| MFM            | Mágneses erő mikroszkóp  |  |  |
| EDS            | Energia diszperzív spektrometria   |  |  |
| EBSD           | Visszaszórt elektron diffraktometria   |  |  |
| SMT            | Sheet metal tester mérési elrendezés (lemezminták méréséhez)                 |  |  |
| VSM            | Rezgőmintás magnetométer   |  |  |
| MAT            | Mágneses adaptív teszt   |  |  |
| MH             | Többfázisú hiperbolikus (Multiphase Hyperbolic) modell                       |  |  |
| MBDE           | MH-modellre alapuló mérés kiértékelési eljárás (Model Based Data Evaluation) |  |  |
| NLHA           | Nemlineáris harmonikus analízis (Nonlinear Harmonics Analysis)               |  |  |
| ANLH           | Adaptív nemlineáris harmonikus analízis                                      |  |  |
| DSS            | Duplex korrózióálló acél (Duplex Stainless Steel)                            |  |  |
| SDSS           | Szuperduplex korrózióálló acél (Superduplex Stainless Steel)                 |  |  |
| LDSS           | Lean-duplex korrózióálló acél (Lean Duplex Stainless Steel)                  |  |  |
| NDT            | Non destructive testing, hibakereső roncsolásmentes anyagvizsgálat           |  |  |
| NDE            | Non destructive evaluation, szerkezetvizsgáló roncsolásmentes anyagvizsgálat |  |  |

#### 1. BEVEZETÉS

#### 1.1 Roncsolásmentes anyagvizsgálatok

Energia közlés hatására az anyagok szerkezetében változások következhetnek be. A kívánt tulajdonságú anyagok létrehozására alkalmazott technológiai eljárások esetén az anyag szerkezetét szándékosan, előre megtervezett módon változtatjuk meg. Az anyagok használata, üzemeltetése során azonban nem kívánt változások jöhetnek létre azok szerkezetében, amiket leromlási-, vagy degradációs folyamatoknak hívunk, az ezeket létrehozó energiaközléssel járó külső hatásokat pedig igénybevételnek nevezzük.

Az igénybevétel tehát minden esetben felfogható úgy, mint az anyaggal -valamilyen módontörténő energiaközlés. Így az anyagokban létrejövő nemkívánatos szerkezeti átalakulások, azaz leromlási folyamatok mindig energia közlés hatására keletkeznek és annak eredményeként értelmezhetők. A létrehozott hatás szempontjából meghatározó az energia közlés módja, továbbá a közölt energia mennyisége és teljesítménysűrűsége. Az igénybevételeket az energia közlés módjai szerint csoportosíthatjuk. Az alábbiakban összefoglaltam a műszaki gyakorlatban leggyakrabban előforduló igénybevételeket, illusztrációként felsorolva néhány jellemző példát:

- *Mechanikai hatások, a* mechanikai igénybevételek lehetnek statikusak, dinamikusak, ezen belül impulzusszerűek, illetve periodikusan ismétlődőek. Eredményezhetnek képlékeny alakváltozást, kopást, fáradást, törést, stb.
- Termikus hatások, ezek számos az anyagtudományban ismert termikusan aktivált folyamat kiváltását okozhatják. Ilyenek egyebek mellett a diffúziós folyamatok, az újrakristályosodás, fázisátalakulások és a kémiai folyamatok, továbbá a hőmérséklet változása által okozott folyamatok, mint például a hősokk hatására kialakuló repedéskeletkezés. Utóbbi közvetlen okaként térfogatrészek egyenlőtlen hőtágulása által keltett mechanikai feszültség jelölhető meg.
- *Kémiai hatások*, mint például a korróziós folyamatok, vagy az acélok hidrogén hatására történő ridegedése.
- *Részecske sugárzás hatása*, ami egyebek mellett a szerkezeti acélok ridegedését okozza.
- *Elektromos hatások*, mint az elektromos átütés, illetve kisülések, az elektromigráció folyamata.
- *Biológiai hatások*, mint a mikrobiológiai korrózió, az élő szervezetekben bekövetkező bioaktív korróziós folyamatok.
- Kombinált hatások, mint az agresszív kémiai környezet és a mechanikai feszültség együttes hatására bekövetkező feszültségkorróziós folyamat, az emelt hőmérséklet és statikus mechanikai terhelés egyidejű hatására végbemenő kúszási folyamat, a ciklikus hőmérsékletváltozás és mechanikai feszültség hatására történő hőfáradási folyamat.

Az igénybevételek által létrehozott szerkezeti változások, azaz a leromlási folyamatok sokrétűek lehetnek azonban három fő csoportba foglalhatók. Beszélhetünk szövetszerkezeti változásokról, azaz az anyag metallográfiai szemcseszerkezetében bekövetkező átalakulásokról. Az anyag hibaszerkezetében bekövetkező változásokról, ami a ponthibák, diszlokációk és felületszerű hibák számában és struktúrájában bekövetkező változásokat jelenti. Továbbá makroszkopikus, háromdimenziós hibák létrejöttéről, ahová az üregek, üregsorok, illetve repedések kialakulása tartozik.

Az anyagvizsgálati eljárások során az anyaggal előre megtervezett módon energiát közlünk és annak erre a külső gerjesztésre adott válaszát vizsgáljuk. A lehetséges gerjesztési módok száma és változatossága óriási. A műszaki gyakorlatban alkalmazott gerjesztési módok – a teljesség igénye nélkül – a következőek lehetnek;

- mechanikai (szakítóvizsgálat, keménységmérés, fárasztó vizsgálat, ultrahangos vizsgálat, akusztikus emisszió ...),
- elektromos (örvényáramú vizsgálat, vezetőképesség mérés),
- mágneses (mágneses repedésvizsgálat, mágneses tulajdonságok mérése, Barkhausen-zaj mérése),
- optikai (vizuális vizsgálat, optikai mikroszkópos vizsgálat),
- besugárzás (radiográfiai vizsgálatok, röntgen diffrakció, elektron mikroszkópia, EDS, EBSD, Auger-spektroszkópia, ...),
- termikus (termofeszültség mérése, hőfárasztó vizsgálat),
- kombinált hatások (kúszás vizsgálat, feszültség korróziós vizsgálat).

A roncsolásmentes anyagvizsgálatok egy része – a hagyományos vizsgálati eljárások – az anyagban lévő, illetve ott kialakult folytonossági hiányok, azaz anyaghibák felderítésére szolgálnak. A továbbiakban ezeket a nemzetközileg elfogadott NDT (Nondestructive Testing) betűszóval rövidítem. A napjainkban fejlesztett, korszerű roncsolásmentes vizsgálati eljárások között számos olyan vizsgálati módszer is található, amelyek az anyag szerkezetének, illetve az abban bekövetkezett változásoknak a kimutatását teszik lehetővé. Ezeket a dolgozat további részében NDE (Nondestructive Evaluation) módszerekként említem. Terminológiánk szerint tehát az NDT módszerek csak az anyagban lévő folytonossági hiányok (repedések, üregek) felderítésére és egyes esetekben ezek méretének és elhelyezkedésének meghatározására szolgálnak. Az NDE eljárások pedig az anyag szövet-, illetve hibaszerkezetéről is szolgálnak információval. E módszerek alkalmazása esetén gyakran nemcsak az anyagnak a gerjesztésre adott válaszát, hanem a gerjesztés és a válasz kapcsolatát mérjük és értékeljük.

Az NDT eljárásokat szokás hibakereső vizsgálatoknak is nevezni, hiszen a különböző fizikai elveken alapuló módszerek célja, a vizsgált szerkezetben lévő belső- vagy felületi folytonossági hibák detektálása [2]. A hiba méretének és elhelyezkedésének meghatározását követően az üzemeltetési paraméterek ismeretében lehet dönteni a hibával való további üzemeltetésről vagy a szerkezet javításáról. A gyártásellenőrzési módszerek a megfelelő, illetve hibás darabok szétválogatására szolgáló, ún. leválogató NDT eljárások. Az

ipari gyakorlatban számos NDT eljárást alkalmaznak, amelyek közül a legelterjedtebbek a következőek:

- Vizuális vizsgálat (VT)
- Folyadék behatolásos vizsgálat (PT)
- Mágnesezhető poros vizsgálat (MT)
- Ultrahangos anyagvizsgálat (UH)
- Örvényáramú vizsgálat (ET)
- Radiográfiai anyagvizsgálatok (Röntgen, illetve izotópos vizsgálat) (RT)
- Akusztikus emissziós vizsgálat (AE)
- Tömörségi vizsgálat

Dolgozatomban a klasszikus roncsolásmentes vizsgálatok részleteire nem térek ki, ezeket számos alapvető munkában megtaláljuk [3], [15], illetve összefoglaltam korábban az anyagtudomány témában íródott egyetemi tananyag az "Az anyagvizsgálat alapjai" című fejezetében [S98].

Az előbbiekben részletezett, tágabb értelmezés szerinti NDE eljárások például az alábbiak:

- Képalkotó vizsgálatok (SEM, TEM, STM, AFM, MFM ...)
- Diffrakciós vizsgálatok (Röntgen, elektron, neutron ...)
- Kémiai összetétel vizsgálatok (EDS, XPS, spektroszkópia)
- Mágneses tulajdonságok, mágnesezési görbék mérése
- Permeabilitás mérésre visszavezetett mérések
- Egyes örvényáramú mérések
- Nem-lineáris felharmonikusok vizsgálata
- Mágneses Barkhausen-zajmérés
- Magnetoelasztikus-zajmérés
- ...

Napjainkban a leromlási folyamatok nyomon követésében, illetve a mérnöki szerkezetek maradék élettartam becslésében egyre jelentősebb az NDT, illetve NDE vizsgálatok szerepe ezen belül is növekszik a mágneses vizsgálati eljárások jelentősége [22], [23], [24], [25], [26], [27], [28], [29], [30], [31], [35], [36].

A ScienceDirect adatbázisban fellelhető, az emelt hőmérsékletnek kitett alkatrészek fáradási és kúszási folyamatainak vizsgálatával foglalkozó tudományos közlemények között hozzávetőleg az 1.1 Táblázatban feltüntetett gyakorisággal találhatóak meg az egyes roncsolásmentes anyagvizsgálati eljárások [37].

A mágneses roncsolásmentes vizsgálatok lehetőségét az anyag mágneses és egyéb pl. mechanikai tulajdonságai közötti kapcsolatok teremtik meg. Számos esetben találhatunk, ugyanis összefüggést az anyagok mágneses jellemzői és egyéb például szilárdsági, fáradási, kúszási, korróziós tulajdonságai között, ami lehetővé teszi egyes anyagtulajdonságok indirekt meghatározását mágneses mérések segítségével. Vagyis a mágneses, illetve mikromágneses tulajdonságok mérése számos esetben roncsolásmentes (NDE) vizsgálati eljárások kidolgozására adnak lehetőséget.

**1.1 Táblázat** Nagy hőmérsékleten üzemeltetett alkatrészek esetén alkalmazott vizsgálati eljárások gyakorisága.

| Vizsgálati eljárás  | Gyakoriság |
|---|------------|
| Mágneses vizsgálatok  | 45 %       |
| Mágneses tér mérése, hiszterézis jellemzők mérése, permeabilitás mérés,<br>Barkhausen-zajmérés, magnetoelasztikus-zajmérés, nem-lineáris<br>harmonikus mérés, Mágneses adaptív teszt, Magnetic Metal Memory<br>vizsgálat, |            |
| Ultrahangos vizsgálat   | 10 %       |
| Örvényáramos vizsgálatok  | 12,5 %     |
| Egyenáramú potenciálesés vizsgálat  | 7,5 %      |
| Egyéb vizsgálatok   | 25 %       |
| Optikai- és elektronmikroszkópos vizsgálatok, keménységmérés, nyúlásmérő<br>bélyeges mérések, replika vizsgálatok, termoelektromos-erő mérés, pozitron<br>annihiláció,  |            |

Megítélésem szerint, csak akkor használhatjuk fel anyagvizsgálati célra a makroszkópikus anyagtulajdonságok és a mágneses jellemzők között felismert összefüggést, ha megértjük ezek közös anyagszerkezettani, illetve fémtani hátterét (1.1 ábra). Ez biztosítja ugyanis, hogy a felismert összefüggés nemcsak a vizsgált esetre vonatkozóan érvényes, hanem kiterjeszthető és más összetételű, illetve szerkezetű anyagokra is alkalmazható.



**1.1 ábra** A mágneses mérések helye az anyagvizsgálatban.

Nyilvánvaló, hogy az egyes NDE vizsgálati eljárások érzékenysége, illetve képességei különböző típusú és eltérő mértékű károsodások kimutatását teszik lehetővé.

Tekintsünk például egy fáradásos tönkremeneteli folyamatot. A fárasztó igénybevétel hatására kezdetben megváltozik az anyag diszlokációs szerkezete. A diszlokáció-sűrűség növekszik majd a diszlokációk sorokba rendeződve ún. szubszemcse határokat hoznak létre. Nagyszámú fárasztó ciklus hatására megjelennek a repedések, amelyek ebben az esetben

szemcséken keresztül – transzkrisztallin módon – terjednek és makroszkopikus repedéseket létrehozva az anyag töréséhez vezethetnek. A klasszikus NDT módszerekkel például a mágneses repedésvizsgálattal csak a felületen, illetve felszín közelében elhelyezkedő relatíve nagyméretű (>0,1 mm) repedések kimutatására van lehetőségünk. Vagyis, csak a már jelentősen előrehaladott károsodást tudjuk kimutatni. Azonban a diszlokációs szerkezet változására érzékeny mágneses NDE eljárások (pl. egyes mágnesezési görbékből származtatható jellemzők mérése [22], [23], mágneses adapív teszt [35]) már a leromlási folyamat kezdeti szakaszán is képesek egyes szerkezeti változásokat detektálni, így a mérnöki szerkezetek maradék élettartam becslése során különösen eredményesen alkalmazhatóak.

A 1.2 ábra áttekintő képet ad az egyes vizsgálati technikák alkalmazhatóságáról és megmutatja a leromlás mértékének függvényében az alkalmazható vizsgálatok típusait.



**1.2 ábra** Az NDT/NDE vizsgálatok alkalmazhatósága a leromlás mértékének függvényében.

#### 1.2 A dolgozat felépítése

A bevezetést (1. fejezet) és a célkitűzéseket (2. fejezet) követően, dolgozatom 3. fejezetében bemutatom azokat a méréstechnikai és műszerfejlesztéseket, továbbá mérésmetodikai fejlesztéseimet, amelyeket a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszékének mágneses anyagvizsgáló laboratóriumában végeztem. Későbbi kutatásaim során – számos esetben – ezeket a mérőberendezéseket alkalmaztam egyebek mellett a leromlási, és a fázisátalakulási folyamatok nyomon követésére.

A 4. fejezetben a mágnesezési görbék matematikai modellezése témakörben elért eredményeimet ismertetem kiemelve a kifejlesztett ún. hiperbolikus modell anyagvizsgálati vonatkozásait és alkalmazásait.

Az 5. és 6. fejezet az egyes acélokban bekövetkező szerkezeti változások mágneses mérésekkel történő kimutatásával foglalkozik. Az 5. fejezetben az igénybevétel hatására történő szerkezeti változásokat, azaz a leromlási folyamatokat tárgyalom, itt ismertetem az ún. nemlineáris felharmonikusok mérésével elért eredményeimet is. A 6. fejezet egyes korrózióálló (ausztenites, ferrites, szuperduplex és lean-duplex típusú), illetve Trasformation Induced Plasticity azaz, TRIP acélokban végbemenő fázisátalakulási folyamatok vizsgálataihoz kapcsolódó eredményeimet tartalmazza.

A dolgozatomban az egyes fejezetek felépítése azonos. Minden fejezet rövid irodalmi áttekintést tartalmaz, amit a saját vizsgálatok leírása, az eredmények, ezek kiértékelése és a következtetések összefoglalása követ.

A hivatkozott irodalmak jelölésére [...] zárójelet, a saját publikációk feltüntetésére pedig a [S...] jelölést használtam. A tézisfüzet végén található hivatkozásjegyzék elkülönítve tartalmazza mindkét hivatkozás típust. A (...) zárójelet a képletek számozására tartottam fenn.

Dolgozatom 4.3.1, 4.3.2, 4.3.3, 4.3.4, 5.2.1, 5.2.2, 6.2.1, 6.1.2, 6.2.2, 6.2.3 számozású fejezeteiben foglaltam össze a kutatómunkám részleteit és eredményeit.

### 2. CÉLKITŰZÉSEK

Kutatási tevékenységem alapvető célja az ötvözetek szövet, illetve diszlokációs szerkezete és mágnes tulajdonságai közötti összefüggések feltárása és értelmezése volt. Elsősorban a hőbevitel és/vagy képlékeny alakítás hatására bekövetkező fázisátalakulási folyamatok és egyes melegszilárd acélokban hőfárasztó, illetve kúszási igénybevétel hatására történő leromlási folyamatok mágneses vizsgálatok segítségével történő nyomon követését tűztem ki célul.

Feladatomnak tekintettem egy mágneses anyagvizsgáló laboratórium létrehozását, az anyagvizsgálati, valamint kutatási feladatokhoz szükséges mágneses mérési összeállítások, illetve mérőberendezések megtervezését, felépítését és kalibrálását.

Munkám során további célom volt olyan új, mágneses méréseken alapuló roncsolásmentes vizsgálati módszerek és metodikák fejlesztése, amelyek alkalmasak a ferromágneses viselkedésű acélokban végbemenő szerkezeti változások kimutatására és egyes mechanikai tulajdonságok indirekt, roncsolásmentes meghatározására.

Kutatási munkám során az alábbiakban felsorolt konkrét célokat tűztem ki.

#### Mágnesezési görbék leírása.

1. A hiszterézissel rendelkező anyagok mágnesezési görbéinek matematikai leírására alkalmas modell kidolgozása. A hiszterézises folyamatok modellezésének számos lehetősége közül olyan makroszkopikus modell felépítése volt a célom, ami jól alkalmazható a ferromágneses szerkezeti anyagok mágneses viselkedésének leírására. A modellel szemben támasztott elvárásom volt, hogy legyen viszonylag egyszerű módon illeszthető a méréssel meghatározott mágnesezési görbékre, az illesztési paraméterek lehetőség szerint rendelkezzenek fizikai tartalommal és alkalmas legyen az anyag bármely hiszterézis görbéjének, illetve az ezekből származtatható mágneses jellemzőjének meghatározására.

A mágneses mérések kiértékelésére olyan új metodika kidolgozása, ami lehetőséget ad a több, eltérő tulajdonságú mágneses fázist, illetve szövetelemet tartalmazó fémtani rendszerek elemzésére. Az azokat felépítő fázisok, illetve szövetelemek mágneses tulajdonságainak meghatározására, elemzésére.

#### Mágneses méréskiértékelési eljárások fejlesztése

- Olyan mágneses mérés kiértékelési eljárás kidolgozása, ami lehetővé teszi a minta mágneses jellemzőinek meghatározását a minta és a mérőfej közötti légrés (lift-off) továbbá a mérőfej geometriájától és anyagától függetlenül.
- 3. Olyan szerkezetérzékeny mágneses jellemzők bevezetése a hőfárasztó és a kúszási igénybevétel által okozott szerkezeti változások jellemzésére, amelyek meghatározása relatíve kis gerjesztéssel végzett mágneses mérések eredményeiből is történhet, vagyis nem teszi szükségessé a mért minta mágneses telítését. Így akár

ipari körülmények között, a mérendő minta felületére helyezett mérőfejjel végzett mérésekkel is meghatározhatóak.

Melegszilárd acélokban a növelt hőmérsékletű üzemeltetés során végbemenő leromlási folyamatok, illetve szerkezeti változások vizsgálata és értelmezése.

- 4. A 15Mo3 típusú melegszilárd acélban a hőfáradási folyamat által létrehozott szerkezeti változások és a szerkezetérzékeny mágneses tulajdonságok kapcsolatának értelmezése. A hőfáradási folyamat hatására bekövetkező szerkezeti változások hatásának vizsgálata az indukált mágneses anizotrópia létrejöttére.
- 5. A 15Mo3 típusú melegszilárd acélban a kúszási folyamat által létrehozott szerkezeti változások és a szerkezetérzékeny mágneses tulajdonságok kapcsolatának értelmezése.

Egyes mágnesezhető ötvözetekben lezajló fázisátalakulási folyamatok anyagszerkezettani hátterének vizsgálata és értelmezése.

- 6. TRIP acélban képlékeny hidegalakítás hatására történő martenzites fázisátalakulás mágneses tulajdonságokra gyakorolt hatásának és a folyamat anyagszerkezettani hátterének vizsgálata és értelmezése.
- 7. Ausztenites korrózióálló acélban képlékeny hidegalakítás hatására történő martenzites fázisátalakulás továbbá az alakítási martenzit hőbevitel hatására történő ausztenitté történő visszaalakulásának mágneses vizsgálata. A lezajló fémtani folyamatok mágneses tulajdonságokra gyakorolt hatásának értelmezése.
- 8. Szuperduplex korrózióálló acélban, a ferrit fázis hőbevitel hatására történő szekunder ausztenitté és szigma-fázissá történő bomlási folyamatának mágneses vizsgálata és értelmezése. Az előzetes képlékeny alakítás hatásának vizsgálata a ferrit termikus bomlási folyamatának sebességére. A bekövetkező szerkezeti változások mágneses tulajdonságokra gyakorolt hatásának értelmezése.
- 9. Lean-duplex korrózióálló acélban képlékeny hidegalakítás hatására történő martenzites fázisátalakulás mágneses tulajdonságokra gyakorolt hatásának és a folyamat anyagszerkezettani hátterének vizsgálata és értelmezése.

### 3. MÁGNESES MÉRÉSTECHNIKAI ÉS MÉRÉSMETODIKAI FEJLESZTÉSEK

Munkám során a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszékén működő mágneses vizsgálatokkal foglalkozó laboratóriumban több új, digitalizált adatgyűjtéssel és feldolgozással működő korszerű mérési összeállítást terveztem és építettem. Kutatásaim során mágneses méréseimet -az esetek nagy részébene mérési összeállításokkal végeztem. A felsorolt mágneses mérőeszközökkel végzett vizsgálataimmal több éve eredményesen veszek részt a mágneses roncsolásmentes vizsgálatokkal foglalkozó Universal Network for Magnetic Nondestructive Evaluation (UNMNDE) elnevezésű nemzetközi szakmai szervezet munkájában. A kifejlesztett mágneses mérőeszközök jól használhatónak bizonyultak oktatási tevékenységem során is.

A 3. fejezet alpontjaiban e mérési összeállítások felépítését és legfontosabb tulajdonságait foglaltam össze.

### 3.1 AC-magnetométer

Megterveztem és megépítettem egy váltóáramú gerjesztésű (AC) teljes mértékben számítógép vezérelt magnetométer berendezést, aminek blokkvázlatát a 3.1/a. ábra mutatja. A mérési összeállítás a hozzá kapcsolódó mérőbefogókkal lehetővé teszi eltérő geometriájú minták mérését, egyebek mellett módot ad toroid, lemez és henger alakú minták mérésére. A lemez alakú minták mérésére ún. SMT (sheet metal tester) elrendezés szolgál, amiben a gerjesztő, illetve a mérőtekercs a minta körül helyezkedik el. A mágneskör fluxusát a minta végeihez illeszkedő U-alakú, szimmetrikus járom zárja.





A berendezéshez készített saját fejlesztésű vezérlő és kiértékelő programban a mérés paraméterei szabadon változtathatóak. A gerjesztő jel frekvenciája és alakja tetszés szerint, előre programozottan változtatható. A gerjesztő tekercs meghajtását feszültségvezérelt

áramgenerátor üzemmódban működő teljesítményerősítő végzi. A mérési összeállítás lehetővé teszi a minták ciklikus lemágnesezését, a szimmetrikus belső hiszterézis alhurkok, a permeabilitás görbe és a normál mágnesezési görbe mérését. Az adattömbökben tárolt mérési adatokból közvetlenül meghatározza a telítési indukció, remanens indukció, koercitív tér, a vesztességi tényező értékét, továbbá a kezdeti és maximális permeabilitás értékeket (3.1/b ábra). A mérőberendezést számos vizsgálat során alkalmaztam sikeresen [S1], [S6], [S7], [S37].

#### 3.2 Rezgőmintás magnetométer

Kifejlesztettem és felépítettem egy új konstrukciójú rezgőmintás magnetométert (Vibrating Sample Magnetometer – VSM), ami különösen alkalmas szerkezeti acél, illetve lágy és keménymágneses anyagok mágnesezési görbéinek mérésére.

A VSM magnetométer működésének elve, hogy minden mágneses térbe helyezett anyagban mágneses momentum indukálódik, ami arányos a minta mágneses szuszceptibilitásának (κ) és a külső mágneses térerősségnek a szorzatával. Természetesen, a ferro-, illetve ferrimágneses anyagok esetén a szuszceptibilitás a térerősség függvényében nemlineárisan változik. Ha a minta szinuszos rezgőmozgást végez, akkor a közelében elhelyezett egy vagy több detektor tekercsben szintén szinuszos feszültségjel indukálódik. Ez az indukált feszültség arányos a minta mágneses momentumával, a rezgés amplitúdójával és frekvenciájával. Egy megfelelően kialakított referencia tekercs alkalmazásával azonban a mért jel a frekvenciától és az amplitúdótól függetlenné tehető s így a magnetométerrel a minta mágneses momentuma a külső mágneses tér függvényében kalibráltan meghatározhatóvá válik.

A rezgőmintás magnetométerben a mért, mágneses dipólussal rendelkező mintának ún. szabad mágneses pólusai vannak, azaz a mérés a nyílt mágneskörös mérési elrendezések közé tartozik. Ennek megfelelően a mérési eredmény kiértékelésekor szükséges lehet a minta lemágnesezési tényezőjének figyelembe vétele.

A felépített magnetométer konstrukciója jelentősen eltér a hagyományos ún. Foner-féle magnetométerektől, ugyanis e mérési elrendezésben a minta a szokásostól eltérő módon a mágneses tér erővonalaival párhuzamosan rezeg ezért a magnetométer elrendezést PMVSM-nek (Parallel Motion VSM) neveztem el (3.2 ábra).

Az új elrendezés előnyei az alábbiak; nagy érzékenység, egyszerűbb és gyorsabb mintacsere és pozícionálás, egyszerűbb detektortekercs elrendezés. Továbbá, mivel a minta rezgőmozgása egy erővonal mentén történik ezért kisebb térfogatban szükséges csak biztosítani homogén mágneses teret, ami kisebb pólusátmérőt így kisebb teljesítményfelvételt is eredményez.

A teljesen számítógép vezérelt és mérésadatgyűjtővel felszerelt berendezés konstrukciója révén illeszkedik a mérnöki gyakorlatban előforduló minta alakokhoz és méretekhez, a vizsgálandó minta egy vízszintesen, alapmódusban 75 Hz frekvenciával rezgő, mintatartó rúd végén található mintatartóban foglal helyet.

dc\_839\_14



**3.2 ábra** A PMVSM berendezés rezgető egysége, rezgő mintatartó rúdja, elektromágnese és a detektor, illetve referencia tekercseket tartalmazó egység.

A PMVSM magnetométer számos szolgáltatást nyújt. Egyebek mellett alkalmas a minta lemágnesezésére, továbbá a rendszer kalibrációjára, grafikus kezelőfelülete áttekinthető, módot ad a mért adatsorok mentésére (3.3 ábra). Az elrendezés lehetővé teszi az 1-400 mg tömegű, ferromágneses minták gyors és megbízható mérését.



a,

b,

3.3/a ábra A PMVSM berendezés LabView vezérlőpaneljének egyik képernyőképe.



A magnetométer további fontos előnye, hogy mód van a minta elforgatására a külső mágneses tér irányához képest, így módot ad a mágneses tulajdonságok irányfüggésének vizsgálatára, lehetővé téve a mágneses anizotrópia mérését. A PMVSM berendezés méreténél és alkalmazhatóságánál fogva hasznos eszköze a szerkezeti anyagok mágneses

vizsgálataival foglalkozó kutatásoknak, illetve jól felhasználható oktatási feladatokhoz. PMVSM berendezésünk főként a mérnöki gyakorlatban előforduló mérési feladatokhoz készült. A mintacsere és beállítás gyors, reprodukálhatósága jó, működése stabil, érzékenysége megfelelő a feladatokhoz. A PMVSM berendezést sikeresen alkalmaztam és keménymágneses, illetve szerkezeti acélok mágneses tulajdonságainak lágytanulmányozására. A berendezés, egyebek mellett, kiválóan alkalmasnak bizonyult a szerkezeti-, illetve melegszilárd acélokban alakítás, hőkezelés továbbá egyes tönkremeneteli folyamatok (fárasztás, hőfárasztás, kúszás stb.) hatására létrejövő szerkezeti változások, mágneses anizotrópia detektálására, továbbá egyes fázisátalakulási folyamatok nyomon követésére. A vizsgált minták, jellegükből adódóan, viszonylag nagyméretűek (tipikusan 50-300 mg) és ferro- vagy ferrimágneses tulajdonságúak. A PMVSM berendezés tulajdonságait több mintán, több mérési sorozatban, körültekintően tanulmányoztam, kalibrálása nikkelből készült, gömb alakú minta segítségével történt. A legfontosabb rendszer adatok az alábbiak; az M és H mérésének pontossága jobb, mint ±1%, a mérések reprodukálhatósága ±0.5%, érzékenysége tökéletesen megfelelőnek bizonyult szerkezeti acél minták vizsgálataihoz.

A PMVSM berendezést egyebek mellett a következő kutatási feladatok során alkalmaztam [S25], [S29], [S30], [S59], [S60], [S61], [S16], [S8]:

- Hőfárasztott melegszilárd acél minták indukált mágneses anizotrópiájának mérése.
- Duplex korrózióálló acélmintákban hőkezelés által létrehozott fázisátalakulások vizsgálata.
- Ferritporok ferri-paramágneses fázisarányának vizsgálata.

#### 3.3 DC-magnetométer

Munkám során korszerűsítettem a rendelkezésre álló ún. Stäblein-Steinitz rendszerű DCmagnetométert. A mérési összeállítást korszerű térmérő szondákkal és elektronikával szereltem fel. továbbá vezérléséhez, а mérésadatgyűjtéshez LabView illetve vezérlőprogramot készítettem. A beépített két Hall-szonda felhasználásával ielei kétcsatornás mérőerősítőn keresztül egy 16 bit felbontású mérésadatgyűjtő két bemenetére kerültek. A gerjesztést egy számítógép vezérelt teljesítményerősítő szolgáltatja. A berendezéshez vezérlőprogramot készítettem, ami módot ad а minta ciklikus lemágnesezésére, illetve a következő mágnesezési görbék mérésére: szimmetrikus és aszimmetrikus belső hiszterézishurkok, mellékhiszterézis hurkok, elsőmágnesezési, illetve szűzgörbe, normál mágnesezési görbe, hiszterézismentes mágnesezési görbe.

A keresztágat tartalmazó mágneses hídkapcsolást az ún. Stäblein-Steinitz féle mágnesező jármot hasáb alakú keménymágneses minták mágneses hiszterézis görbéjének felvételére dolgozták ki a harmincas évek közepén [38], [39]. A mérés felépítése alapján az egyenáramú (DC), zárt mágneskörös mágneses mérések, közé tartozik. A mérési összeállítás egy nagyméretű, lágyvasból készült mágnesező jármot és négy gerjesztőtekercset tartalmaz. A szimmetrikus felépítésű mágnesező járom két U-alakú félből és egy relatíve kis keresztmetszetű áthidaló ágból áll (3.4 ábra). Az összeállításban két, egyforma méretű légrés van: a mérő-, illetve a referencia légrés. A mintát a mérőlégrés párhuzamos pólusfelületei közé fogjuk be. Ennek megfelelően a mintának nincsenek szabad mágneses pólusai, tehát a külső lemágnesezőtér hatásával nem kell számolnunk.



**3.4 ábra** A DC magnetométer felépítésének vázlata és a minta mágnesezettség mérésének kalibrációja.

A mintában ébredő mágneses teret (H) a mérőlégrésben a minta mellett elhelyezett Hallszonda méri. Erre az ad módot, hogy a H-tér közeghatár felületével párhuzamos (tangenciális) komponense a közeghatáron "folyamatosan megy át", azaz a tangenciális komponens a közeghatár két oldalán megegyezik. Tehát ha a mágneses térnek csak tangenciális komponense van, akkor a mintában és a mellette lévő légrésben ébredő H-tér azonos.

A mérőlégrésbe behelyezett minta a mágneses kör szimmetriáját felborítja így a kör fluxusának egy része a kör keresztágán keresztül záródik. A minta mágnesezettsége (M) a mágneses híd keresztágában elhelyezett Hall-szonda által mért térrel egyenesen arányos.

A berendezés különleges adottsága, hogy a szimmetrikus belső és mellék hiszterézisgörbék sorozatának mérésén túl (3.5 ábra), lehetővé teszi a hiszterézismentes görbe mérését is, a Bozorth-féle mérési utasításnak megfelelően [73]. Ismert, hogy a hiszterézismentes görbe pontjai az adott külső gerjesztőtér mellett az anyag egyensúlyi mágnesezettségi állapotát jellemzik. A hiszterézismentes mágnesezési görbe a minta mágneses egyensúlyi állapotát írja le és alapvető fontosságú bemenő adatokkal szolgál a mágnesezési görbe modellek számára, továbbá a hiszterézismentes mágnesezési görbékől meghatározható a minta ún. belső lemágnesezési tényezője, ami – egyebek mellett – a heterogén (pl. szemcsékből álló) mágneses szerkezetek jellemzése során rendkívül hasznos.



3.5/a ábra





A DC-magnetométer alkalmas szerkezeti acélokból készült tömbi minták méréséhez ugyanis lehetővé teszi ezek telítésig való mágnesezését. A magnetométer különösen hasznosnak bizonyult TRIP acélban, duplex és lean-duplex korrózióálló acélokban végbemenő fázisátalakulások vizsgálatára. Szuperduplex korrózióálló acélokban hőkezelés hatására történő ferrit bomlási folyamatot, amíg a TRIP acélokban és a lean-duplex korrózióálló acélban a képlékeny hidegalakítás hatására végbemenő martenzites fázisátalakulás folyamatát vizsgáltam segítségével [S4], [S5], [S7], [S12], [S13], [S51].

A mérési elrendezés kiválóan alkalmasnak bizonyult továbbá oktatási és bemutató mérések végzésére is.

### 3.4 Barkhausen-zajmérés

Megterveztem és felépítettem egy digitális jelfeldolgozású Barkhausen-zaj mérőkészüléket, ami módot ad a zajjel komplex statisztikai vizsgálatára is. A berendezés segítségével nemcsak a zajjel megszokott négyzetes középértékét (RMS) hanem a zajimpulzusok amplitúdójának eloszlás, illetve sűrűségfüggvényét is módunk van meghatározni (3.6 ábra) [S42].

A kifejlesztett Barkhausen mérőkészüléket számos kutatási projektünkben sikeresen alkalmaztam. Ipari környezetben történő használatára egyebek mellett a Dunaújvárosi Erőműben (a BME Stratégiai projekt keretében) továbbá a Tiszai Vegyi Kombinát tiszaújvárosi üzemében került sor.

Ismert, hogy az ún. rendezett mágneses szerkezetű (ferro-, antiferro-, ferri-mágneses) anyagok telítésig mágnesezett tartományokat, ún. mágneses doméneket tartalmaznak.

Külső mágneses térben a mágneses mikroszerkezet megváltozik. Kis külső mágnes terek esetén – azaz a mágnesezési görbe kezdeti szakaszán – az átmágneseződés jellemző mechanizmusa a doménfalak mozgása, ami reverzibilis, illetve irreverzibilis lehet. E

mechanizmus során a külső térrel megegyező, vagy ahhoz közeli orientációjú domének térfogata növekszik, szomszédaik rovására. Ezt a folyamatot nagyobb külső terek esetén a doméneken belüli momentumok átfordulása az ún. forgás követi, először egyedileg majd koherens módon. Az átmágneseződés folyamata – az előbbieknek megfelelően – szükségessé teszi a doménfalak elmozdulását. A doménfalak mozgása az irreverzibilis falmozgás tartományában akadályozott, ugrásszerű módon történik, ahol egy-egy átugrás rendkívül rövid időt igényel. Ezért átmágnesezés közben a minta felületén vagy körülötte elhelyezett detektor-tekercsben jól mérhető feszültség impulzusok indukálódnak. A folyamat jellegének megfelelően az átmágneseződés során az elemi impulzusok eredője egy sztochasztikusnak tekinthető zajfeszültség lesz, amit mágneses Barkhausen-zajnak nevezünk. A Barkhausen-zaj nagyságát és jellegét a minta szövetszerkezete, diszlokációs szerkezete és mechanikai feszültségi állapota együttesen határozzák meg. A Barkhausen-zajmérés roncsolásmentes (NDE) vizsgálati módszer, ami sok esetben a szerkezet, illetve a feszültségi állapot gyors vizsgálatára ad módot. A mérőberendezést számos vizsgálat során alkalmaztam [S42].



a,

b,



### 3.5 Örvényáramú vezetőképesség mérés

A nagy pórusméretű fémhabok fajlagos elektromos vezetőképességének méréséhez – nagy behatolási mélységű – alacsony frekvenciás örvényáramú mérési összeállítást dolgoztam ki. A mérési összeállításban, a tömbi mintában kialakult örvényáramok mágneses terét nagy érzékenységű GMR szenzor érzékeli. A mérési összeállítást sikeresen alkalmaztam Alporas alumínium habok vezetőképességének mérésére, illetve a fémhabok sűrűségének indirekt meghatározására [S91], [S41], [S69].

#### 3.6 Korszerűsített DC-koerciméter

Megterveztem és megépítettem egy Förster-féle, koerciméter típusú, nyílt mágneskörös mérési összeállítást. A mérőkészülékben a vizsgált rúd alakú (kis lemágnesezési tényezőjű) minta egy szolenoid tekercs belsejében helyezkedik el, aminek tere azt felmágnesezi. A vizsgált minta a mágnesezettségével arányos teret hoz létre a szolenoidon kívül, amit a tekercsre adott ellenirányú gerjesztéssel zérusra kompenzálunk. A mért minta mágneses terének a szolenoidra merőleges komponensét a szolenoidon kívül elhelyezett két nagy érzékenységű ún. Fluxset típusú mágnestér mérő szonda érzékeli (3.7 ábra). A mérési módszer statikus térben határozza meg a minta koercitív terét így a más mérések esetén esetlegesen hibát okozó örvényáramú hatásokkal nem kell számolnunk. További fontos előny, hogy a készülékben alkalmazott mérőszondákat kizárólag zérus indikációra használjuk, így nem szükséges azokat kalibrálni.



3.7 ábra A DC koerciméter elvi felépítése.

(a) A minta felmágnesezése. (b) Az aszimmetrikus pozícióban lévő felmágnesezett minta saját mágneses terének mérése.

### 3.7 Mágneses adaptív teszt

A mágneses adaptív teszt elnevezésű vizsgálat (MAT) egy olyan, a ferromágneses anyagok roncsolásmentes vizsgálatára szolgáló módszer, ami a mágneses hiszterézis alhurkok szisztematikus mérésén és kiértékelésén alapul [40], [41]. A mérési eljárás elnevezése arra utal, hogy a mérés során mindig azokat a jellemzőket határozzuk meg, amelyek a legnagyobb érzékenységgel jellemzik a vizsgált anyag szerkezeti változását.

A MAT eljárás alapgondolata, hogy egy külső mágnesező járom segítségével szisztematikusan, lemágnesezett állapotból kiindulva, váltakozó mágneses térben, növekvő amplitúdóval mágnesezzük a mérendő mintát. A mérés során a minta permeabilitását (vagyis a változó külső tér hatására a mintában bekövetkező mágneses indukció-változást) detektáljuk a mágnesező jármon elhelyezett érzékelő tekerccsel, és ebből számítjuk ki a hiszterézis alhurkokat.

A MAT eljárás során nagyszámú, jól definiált alhurkot mérünk, amelyeknek minden pontja hordozhat valamilyen információt. Vagyis akár több ezer vagy tízezer, jól reprodukálható, a

megfelelő (h<sub>a</sub>,h<sub>b</sub>) tér koordinátákkal és az ezekhez tartozó B(h<sub>a</sub>,h<sub>b</sub>) mágneses értékekkel jellemzett mérési pont áll rendelkezésre a kiértékeléshez. Ezek közül egy erre a célra kifejlesztett szoftver segítségével választjuk ki azokat, amelyek a legnagyobb érzékenységgel és egyúttal a legjobban reprodukálható módon jellemzik az anyagban bekövetkező változást a megadott független változó függvényében.

Vizsgáltam és optimalizáltam a MAT eljárás mérési beállításait, továbbá az alkalmazott mérőfej anyagának és kialakításának hatását a kapott mérési eredményekre [S27], [S32].

Kutatási munkám során a MAT eljárást sikeresen alkalmaztam ausztenites korrózióálló acélban képlékeny hidegalakítás hatására létrejövő alakítási martenzit fázis kimutatására és így az alakítottság mértékének jellemzésére [S26], [S36], [S62]. TRIP acélban képlékeny alakítás hatására végbemenő martenzites fázisátalakulás vizsgálatára [S6]. Továbbá öntöttvas minták vizsgálatára [S28].

### 4. MÁGNESEZÉSI GÖRBÉK MODELLEZÉSE

E fejezetben a többfázisú hiperbolikus modell (Multiphase Hyperbolic vagy MH-modell) fejlesztésével és alkalmazásával kapcsolatos eredményeimet mutatom be. Különös figyelmet fordítva a modell roncsolásmentes anyavizsgálati alkalmazásaira, az ötvözetek fázisanalízisére, továbbá egy mérőfej- és légrésfüggetlen mérési eljárás kidolgozására.

#### 4.1 Hiszterézises folyamatok és ezek modellezésének lehetőségei

A természetben és a társadalomban számos hiszterézises viselkedésű jelenséget, illetve folyamatot találunk és ismerünk. Ezek közös jellemzője, hogy a folyamatot leíró két mennyiség – amit tekinthetünk gerjesztésnek és válasznak – között matematikai értelemben nem egy-egy értelmű a kapcsolat, s koordináta rendszerben ábrázolva a két mennyiséget hurok jellegű, nemlineáris összefüggést kapunk. A hiszterézises viselkedés mindig gerjesztésre adott késleltetett választ jelent, amit műszaki értelemben fázistolásként kezelhetünk. Más megfogalmazás szerint a hiszterézises viselkedésű rendszernek "memóriaeffektusa" van, vagyis a rendszer válaszjele függ annak "előéletétől", tehát attól, hogy milyen úton jutott el a rendszer a pillanatnyi állapotába. Néhány ismert hiszterézist mutató folyamat:

- Ferromágneses anyagokban ébredő mágneses indukció (B), illetve a mágnesezettség (M) és a külső mágneses tér (H) közötti kapcsolat [46], [47], [48], [60].
- Ferroelektromos anyagokban létrejövő elektromos polarizáció (P) és a külső elektromos tér (E) kapcsolata [50].
- Egyes anyagok deformációja során a terhelő erő és az alakváltozás kapcsolata (alakemlékező ötvözetek, gumi) [51].
- Kisciklusú fárasztó igénybevétel esetén a nyúlásamplitúdó (σ) és az alakváltozás (ε) kapcsolata [53], [54].
- Műszaki szabályzó rendszerek esetén az érzékelt jel és a kapcsolójel kapcsolata [52].
- Továbbá számos társadalmi, illetve gazdasági folyamat [55], [56], [57].

A fenti folyamatok mindegyike érdekes és számos hasznosítható eredménnyel kecsegtet, azonban dolgozatomban kizárólag az egyes szerkezeti acélok hiszterézises viselkedésével kapcsolatos eredményeimet mutatom be.

### 4.2 Mágneses anyagok és mágnesezési görbék típusai

Dolgozatomban az anyagok mágneses viselkedésére és tulajdonságaira részletesen nem térek ki, ezeket összefoglaltam korábban az anyagtudomány témában íródott egyetemi tananyag az "Elektromos, mágneses és akusztikai tulajdonságok" című fejezetében [S97]. Az alábbiakban csak a jelen dolgozat szempontjából lényeges, rövid, teljességre nem

törekvő módon ismertetem az anyagok legfontosabb mágneses tulajdonságait és a rendezett mágneses szerkezetű anyagok legfontosabb mágnesezési görbéit.

Külső mágneses tér hatására az anyagokban mágneses polarizáció lép fel, aminek hatására azok mágneses dipólussá válnak. Ez egyrészt a mintában mágneses momentumok indukálódásával, másrészt, ha a minta eleve tartalmaz (spontán) mágneses momentumokat, ezeknek a külső tér hatására történő rendeződésével történik. A minta makroszkópos mágneses momentuma a térfogatban lévő elemi mágneses momentumok (p<sub>m</sub>) eredője. Ennek térfogategységre vonatkoztatott értékét hívjuk a minta mágnesezettségének (M).

Az alapvető mágneses jellemzők közötti kapcsolatok:

$$M = \frac{1}{V} \sum_{i} p_{m}$$

$$B = \mu_{0} \mu_{r} H = \mu_{0} (H + M)$$

$$M = \kappa H$$
(1)

A mágneses szuszceptibilitás ( $\kappa$ ), illetve a relatív permeabilitás ( $\mu$ <sub>r</sub>) nevű mennyiségeket az anyagok mágneses tulajdonságainak jellemzésére használjuk.

Az anyagokat mágneses tulajdonságaik szerint gyengén mágneses, illetve rendezett mágneses szerkezetű csoportokba oszthatjuk. Az első csoportba a dia- és paramágneses anyagok tartoznak, a másodikba pedig a ferro-, antiferro- és ferrimágneses viselkedésűek.

Zérus külső mágneses térben a diamágneses anyagoknak elemi mágneses momentumuk nincs, mivel az elektronok mágneses momentumai teljes mértékben kompenzálják egymást. Külső mágneses tér hatására, bennük az elektronpályák deformációja révén mágneses momentum indukálódik. Az indukció-törvény szerint az indukált momentum a külső térrel ellentétes irányú, s nagysága lineáris függvénye a térnek. A diamágneses anyagok szuszceptibilitása tehát negatív, mágneses tér- és hőmérséklet-független. E polarizációs mechanizmus minden anyagban létrejön, de csak akkor észlelhető, ha más erősebb mágneses hatás el nem nyomja.

A paramágneses agyagok rendelkeznek elemi mágneses momentumokkal, de ezek a termikus mozgások miatt statisztikusan rendezetlen irányeloszlást mutatnak, ezért makroszkopikus mágnesezettségük zérus. Külső mágneses tér hatására a momentumok, a termikus mozgás ellenében, igyekeznek beállni a térirányba. Tehát szuszceptibilitásuk pozitív és hőmérsékletfüggő. Tiszta paramágneses anyagok szuszceptibilitása a gyakorlatban elérhető mágneses terek esetén térfüggetlennek tekinthető, azaz mágnesezési görbéjük lineáris. Mágneses telítésük, azaz annak az állapotnak az elérése, amikor a mintában lévő összes mágneses momentum а külső tér irányába fordul. szobahőmérsékleten extrém nagy, a gyakorlatban már nem elérhető nagyságú teret igényel.

A mágnesesen rendezett szerkezetű anyagok között fémeket, ötvözeteket és kerámiákat is találunk. Ezek spontán mágneses momentummal rendelkeznek, s egy kritikus ún. Curiehőmérséklet alatt a kicserélődési kölcsönhatás momentumaikat egy-egy adott tartományon belül a kristály tengelyeihez képest valamilyen rendbe sorakozatja, tehát létrejön a mágneses doménszerkezet. A doméneken belül az atomi mágneses momentumok parallel beállása esetén ferromágneses. momentumok anti-parallel beállása а szomszédos esetén antiferromágneses anyagokról antiferromágneses beszélünk. Az rend speciális megvalósulási formája az ún. ferrimágneses elrendeződés, itt az elemi momentumok ellentett beállításúak ugyan, de abszolút értékben különböznek.

A rendezett mágneses szerkezetű anyagok eredő mágneses momentuma és így mágnesezettsége jelentősen növekszik a külső mágnesező tér hatására, azaz az anyag felmágneseződik. A felmágneseződési folyamat két részfolyamatra bontható: kis tér tartományban, hozzávetőlegesen a mágnesezési görbe inflexiós pontjáig a külső tér irányába orientált domének térfogatának növekedése a kedvezőtlen irányúak rovására, majd a nagyobb külső terek esetén a mágnesezettség irányának fokozatos befordulása a mágnesező tér irányába. Az előbbi folyamatot doménfal mozgási, az utóbbit momentumforgási tartománynak hívjuk.

A ferro- és ferrimágneses anyagok legfontosabb, klasszikus jellemzője a mágneses hiszterézisgörbe (4.1 ábra), illetve a belőle származtató jellemzők. A hiszterézises viselkedést – a Curie-hőmérsékletük alatt – minden ferro- és ferrimágneses anyag esetén tapasztalunk eltekintve azok szuper-paramágneses állapotától [74].



4.1 ábra Ferromágneses anyag normál mágnesezési görbéje, valamint a hiszterézis görbéje a telítési- (B<sub>s</sub>) és a remanens (B<sub>r</sub>) indukció, a koercitív térerő (H<sub>c</sub>) továbbá a maximális gerjesztő tér (H<sub>max</sub>) pontjaival.

Ha egy lemágnesezett állapotú ferro- vagy ferrimágneses mintát külső mágneses térbe helyezünk, akkor a tér növelésével az indukció értéke kezdetben lassan nő, majd hirtelen emelkedni kezd. A görbe végül ismét ellaposodik, és fokozatosan éri el a B<sub>S</sub> telítési értéket. A mágnesező tér (H) további növekedésével az indukció csak nagyon kismértékű növekedést mutat. A mágneses tér csökkenésével – szemben a dia- és paramágnesekkel – a mágnesezési görbe nem követi az eredeti vonalát. Zérus lemágnesezési tényezőjű minta esetén, amikor a mágnesező tér nullára csökken, az indukció értéke a B<sub>R</sub> ún. remanens indukciót éri el. A külső tér irányát ellenkező értelműre kell változtatni, és H<sub>C</sub>-ig, a koercitív térnek nevezett értékig kell növelni ahhoz, hogy a maradó indukciót zérusra kompenzáljuk. Ha ebben az irányban tovább növeljük a térerősséget, újra elérhető a telítés. A térerősség

(abszolút értékének) újbóli csökkenésével egy, az előbbihez hasonló görbe adódik. A telítés, a remanencia és a koercitív tér értéke ugyanaz, mint az előző esetben volt, feltéve, hogy a telítettségig mágneseztük az anyagot. A belső kisebb hurkok (4.2 ábra), olyan mágnesezési ciklusra jellemzőek, aminél az anyagot nem mágneseztük telítésig. Azt a jelenséget, hogy a mágnesezési görbe nem veszi fel ugyanazokat az értékeket a fel- és lemágnesezésnél, hiszterézisnek nevezzük. Egy teljes ciklushoz tartozó hiszterézishurok azzal az energiamennyiséggel arányos területet zár közre, ami egységnyi térfogatú anyagnak a hiszterézis hurok egy körbejárásával történő mágnesezéséhez szükséges. A mágnesezési folyamat során ez az energia hővé alakul.

A ferro- és ferrimágneses anyagok makroszkopikus mágneses jellemzőinek mindegyike erős hőmérsékletfüggést mutat. Általános törvényszerűség fémes mágneseknél, hogy a telítési indukció (B<sub>s</sub>), a hőmérséklettel monoton és annál erősebben csökken, minél jobban megközelítjük a Curie-hőmérsékletet. A koercitív tér változása szintén monoton csökkenő és arányosnak tekinthető az anizotrópia változásával.

A mágneses jellemzők – más anyagtulajdonságokhoz hasonlóan – szerkezet érzéketlen (intrinsic) és szerkezetérzékeny (extrinsic) csoportokba sorolhatók. Az extrinsic jellemzők függenek az anyag szövet és hibaszerkezetétől ellentétben az intrinsic jellemzőkkel, amelyek ezektől függetlenek. Intrinsic jellemzőnek tekinthető a Curie-hőmérséklet és a telítési indukció, illetve telítési mágnesezettség aminek értéke – állandó hőmérsékleten – a térfogat-egységenkénti Bohr-magnetonok számától, azaz a kémiai összetételtől függ. Minden további mágneses jellemző, azaz a remanens indukció, a koercitív tér, a permeabilitás értékek, illetve a mágnesezési görbék alakja extrinsic jellemző. A mágneses roncsolásmentes vizsgálatok szempontjából, ahol a szövet, illetve diszlokációs szerkezetben bekövetkező változásokat kívánjuk detektálni mágneses jellemzők mérésével elsősorban, az extrinsic jellemzőknek van jelentőségük.

Mágnesezési görbék alatt értjük a mintában ébredő mágneses indukció, illetve mágnesezettség alakulását a külső, mágnesező tér függvényében, azaz a B(H), illetve M(H) görbéket. A hiszterézis görbék lehetnek az origóra szimmetrikusak (central), illetve aszimmetrikusak a minta kezdeti mágnesezettségétől függően. A szimmetrikus hiszterézis görbék felvétele a minta lemágnesezését követően történhet. A hurkok lehetnek ún. belső, illetve telítési hiszterézis görbék attól függően, hogy a minta maximális mágnesezettsége eléri-e a mágneses telítés állapotát, azaz azt az állapotot, amikor a minta összes mágneses momentuma a külső, mágnesező tér irányába áll.

A minta ciklikus lemágnesezését követően váltóáramú (AC) méréssel felvett szimmetrikus belső (central minor) hiszterézis hurkok csúcspontjai az ún. normál mágnesezési görbét írják le [78]. Azaz, a normál mágnesezési görbe, amit dinamikus középmágnesezési görbe néven is ismerünk, a central minor hurkok csúcspontjainak mértani helye (4.2 ábra) [72], [78].

Szükséges megemlíteni, hogy több a normál görbéhez hasonló alakú, de attól kismértékben eltérő lefutású mágnesezési görbét ismerünk. Egyenáramú méréssel, váltogatott polaritással vehető fel az ún. kommutációs görbe. A minta ciklikus lemágnesezését követő zérustól lassan növelt DC gerjesztéssel jutunk az első (initial) mágnesezési görbéhez. Ismert még az ún. szűzgörbe, amit az első mágnesezési görbéhez hasonló módon vesszük fel, a mintát

azonban a mérést megelőzően termikusan, a Curie-hőmérséklet fölé való melegítéssel mágnesezzük le [78].



**4.2 ábra** A szimmetrikus belső hiszterézis görbék csúcspontjainak mértani helyeként adódó ún. normál mágnesezési görbe (saját mérés).

A hiszterézismentes (anhysteretic) vagy ideális mágnesezési görbe definícióját és egyben mérési utasítását Bozorth adta meg [73]. Ennek megfelelően a hiszterézismentes görbe egy pontjának felvételéhez állandó (DC) mágneses térre szuperponált váltakozó (AC) mágnes tér szükséges, ami a kezdeti ciklusban telítésig mágnesezi a mintát majd a nagyszámú további ciklus során amplitúdója monoton csökken a zérusig. A mérési folyamat során a metastabil egyensúlyi állapotban "elakadt" doménfalak leválnak az akadályokról és a külső DC térnek megfelelő egyensúlyi helyzetükbe mozdulnak el, azaz az aszimmetrikus belső hurkok sorozata a hiszterézismentes görbe egy a külső DC térnek megfelelő pontjához konvergál (4.3 ábra).



4.3 ábra Eljárás a hiszterézismentes mágnesezési görbe egy pontjának felvételéhez [73].

A mágnesezettség egyensúlyi állapotait tehát a hiszterézismentes vagy ideális mágnesezési görbe adja meg. A normál mágnesezési görbe pontjai ezzel szemben – a doménfalak akadályozott mozgásának következtében – mindig nem egyensúlyi (metastabilis) állapotokhoz tartoznak.

A hiszterézismentes görbe meredeksége monoton csökken, a normál mágnesezési görbe meredeksége kezdetben növekszik majd egy maximum elérését követően a telítési állapotig csökken, azaz a normál görbének mindig van inflexiós pontja (4.4 ábra).



4.4 ábra A normál- és a Bozorth-féle hiszterézismentes mágnesezési görbe [73].

Fogalmazhatunk úgy is, hogy a hiszterézismentes mágnesezési görbét a mágneses anizotrópia, amíg a normál mágnesezési görbe alakját az anizotrópia és a doménfalak mozgékonysága egyaránt befolyásolja. Vagyis, az azonos kémiai összetételű és anizotrópiájú (külső- és belső) de eltérő koercitív terű minták hiszterézismentes görbéje azonos, azonban normál mágnesezési görbéjük eltérő. A normál mágnesezési görbe alakja ún. extrinsic anyagtulajdonságnak tekinthető, azaz függ az anyag szövet- és a kristályhiba szerkezetétől. Ennek megfelelően a könnyen és gyorsan mérhető normál mágnesezési görbe különösen alkalmas a ferro- és ferrimágneses anyagok szerkezeti tulajdonságainak indirekt jellemzésére.

A rendezett szerkezetű mágneses anyagok (ferro-, illetve ferrimágneses) B-H, illetve M-H görbéjének hiszterézise számos fizikai jelenség együttes megnyilvánulása. A főként a párosítatlan elektronok spínmomentumaiból származó, atomi mágnes momentumok rendeződésében és így a mágneses doménszerkezet kialakulásában döntő szerepet játszik a kvantummechanikai kicserélődési kölcsönhatás. Az átmágneseződési folyamat során a doménszerkezet átrendeződik, a doménfalak elmozdulnak, illetve a mágneses momentumok a termikus gerjesztésből származó hatást legyőzve igyekeznek befordulni a külső tér irányába. A hiszterézis kialakulásában szerepe van a mágneses momentumok kölcsönhatásának, a mágneses anizotrópia jelenségének, a doménfalak – főként kristályhibák, illetve más fémtani fázisok általi – akadályozott mozgásának.

Az átmágneseződési folyamat és a mágnesezési görbék modellezésére számos lehetőség nyílik. E munka nem vállalkozik a hiszterézis modellek teljes körű tárgyalására csak a műszaki szempontból legfontosabbnak ítéltek említésére. A mágneses hiszterézis leírására született [49], [58], [59], [60], [61], [64] modelleket jellegük szerint három fő csoportba sorolhatjuk. Beszélhetünk ún. mikrofizikai, energetikai és makroszkopikus modellekről.

A mikrofizikai modellek kísérletet tesznek a rendkívül nagyszámú (köbcentiméterenként néhányszor 10<sup>22</sup> darab) elemi mágnes momentum kollektív mozgásának leírására.

Az ún. energetikai modellek esetén figyelembe vesszük a termodinamikai rendszer belső energiájának (U) lényeges tagjait és a konfigurációs entrópiát (S). Ismert, hogy egy termodinamikai rendszer egyensúlyi állapota a Helmholtz-féle szabadenergia (F=U-TS) minimumához tartozóan határozható meg. A legismertebb az ún. Stoner-Wohlfarth modell [63], [62] aminek alapgondolatára számos további energetikai modell is épül. Ezekben általában egydomen méretű, egymással kölcsönhatásban nem álló mágneses részecskéket tételezünk fel s a hiszterézis kialakulásának fő oka a mágneses anizotrópia. E modelleket – egyebek mellett – sikeresen alkalmazzuk a mágneses vékonyrétegek viselkedésének leírására.

A mérnöki alkalmazásokhoz legjobban a viszonylag gyorsan illeszthető makroszkopikus vagy fenomenologikus modellek felelnek meg, amelyekben kizárólag a mérhető fizikai mennyiségek között keresünk összefüggéseket. A két legismertebb makroszkopikus modellcsalád a Preisach és a Jiles-Atherton modell. A Preisach [66], [67], [68], [69], [70], [71], illetve az ennek alapgondolatára épülő további számos modell a ferromágneses anyagot nagyszámú, kétállapotú, azaz szögletes elemi hiszterézis operátor segítségével írja le. Ezen eltérő koercitív térrel rendelkező hiszteronok a Preisach eloszlásfüggvénynek megfelelő súllyal befolyásolják a tömbi mágneses viselkedést.

A Jiles-Atherton modell [65] alapgondolata szerint a hiszterézismentes és a normál mágnesezési görbe adott külső mágneses térhez (H) tartozó különbsége arányos a normál mágnesezési görbe H-szerinti deriváltjával, azaz e különbség a mágnesezési folyamat hajtóerejének tekinthető.

Számos további makroszkopikus hiszterézis modellt ismerünk, mint például a rugalmasan és képlékenyen egyaránt deformálódó mechanikai és szerkezeti rendszerekre gyakran alkalmazott Bouch-Wen modell [75] vagy a neurális hálózatok felhasználásával készített modellek [76], [77].

A fenomenologikus modellek közé sorolható az ún. T-modell is [79], [80], ami viszonylag egyszerű, zárt alakú matematikai összefüggésekkel írja le a mágneses hiszterézis jelenségét. A T(x) modell alapgondolata szerint bármely hiszterézis hurok előállítható a hiszterézismentes görbe egyidejű  $\alpha_i$  vízszintes és  $\beta$  függőleges szimmetrikus eltolásával. A normál mágnesezési görbe – a definíciójának megfelelően – a szimmetrikus belső hiszterézis görbék (minor hurkok) csúcspontjainak mértani helyeként kerül kiszámításra [79]. A T-modell hiszterézismentes görbe alakját az alábbi összefüggéssel (2) közelíti, aminek első, lineáris tagját a reverzibilis, a második tagját pedig az irreverzibilis mágnesezési folyamatok leírására vezeti be (47). Ahol: A<sub>0</sub>, B<sub>0</sub> és C<sub>0</sub> a modell illesztő paraméterei.

$$T(H) = \frac{M}{M_0} = A_0 H + B_0 \tanh C_0 H$$
 (2)

Itt térek ki a reverzibilis és irreverzibilis mágnesezési folyamatok a modell értelmezése szempontjából való ismertetésére [61], [65]. A mágnesezési folyamat egyik lehetséges kinetikája szerint szükséges a doménfalak elmozdulása. Ismert, hogy a doménfalak akadályokon (pinnig site) mint amilyenek a szemcsehatárok, a kristályhibák vagy az eltérő fémtani fázisok elakadhatnak. Külső mágnesező tér hatására a doménfalak leszakadhatnak az említett akadályokról és tovább ugorhatnak az útjukban lévő következő akadályig. E mozgás energia vesztességgel jár, azaz irreverzibilis jellegű. A viszonylag kis külső mágneses terek nem képesek a doménfalakat leszakítani az akadályokról, illetve akadálysorról annak csak rugalmas jellegű kihajlását okozzák. A kihajló doménfal révén az adott tartomány mágnesezettsége megváltozik, tehát mágneseződés jön létre, ami a külső tér megszűnése következtében történő doménfal visszarendeződés esetén eltűnik. E folyamat reverzibilis, energia vesztességgel nem jár. Ennek megfelelően a T(x), illetve a későbbiekben ismertetett MH-modell tartalmaz, egy a reverzibilis mágneseződési folyamat és egy vagy több az irreverzibilis viselkedés leírására alkalmas matematikai tagot.

Fizikailag indokolható a tanh függvény alkalmazása a mágnesezési görbe leírására. Belátható ugyanis, hogy a kvantummechanikai Brillouin-függvény [81] J=½ helyettesítéssel tanh függvényre vezet. Ahol: J az ún. belső kvantumszám, ami a mellék- és spinkvantumszámokból számítható, az elektron teljes impulzusát megadó mennyiség.

#### 4.3 A többfázisú hiperbolikus (MH) modell fejlesztése, validálása

dc\_839\_14

Annak ellenére, hogy - amint a fentiekből is kitűnik - számos modell létezik a hiszterézis jelenségek leírására. minden modellnek. és azok qyakorlati esetekre való alkalmazhatóságának vannak korlátai. Ezért kidolgoztam egy új hiszterézis modellt (MHmodell), ami nagyon alkalmasnak bizonyult arra, hogy segítségével szétválaszthatók legyenek a mágneses fázisok, szeparálhatók legyenek a mágneses körök elemei, valamint a mérőfej geometriájától és anyagától és a mérőfej és a minta közötti légrés hatásától függetlenítve meghatározhatóak legyenek a vizsgált minta mágnesezési görbéi. Ez a modell nagyon előnyösen használható a roncsolásmentes anyagvizsgálatban. A következő alfejezetben ismertetem először magát a modellt, majd leírom azokat a vizsgálatokat, amelyeknek eredményei igazolják az MH-modell gyakorlati alkalmazhatóságát.

#### 4.3.1 Az MH-modell leírása

Munkámban különösen fontos szerepet kapott az ún. hiperbolikus mágnesezési modell kidolgozása, fejlesztése, validálása és alkalmazása. E modellt alkalmassá tettem arra, hogy több mágnesezhető fázist tartalmazó fémtani rendszerek leírására is alkalmazható legyen. A modell e verzióját többfázisú hiperbolikus modellnek neveztem és Multiphase Hyperbolic Modell (MHM) néven publikáltam. Dolgozatomban ezt a modellt MH-modell néven említem.

Munkám első lépéseként a korábbiakban említett T(x) modell alkalmazhatóságát megvizsgáltam különböző lágymágneses ötvözetekre. Tapasztalatom szerint a T(x) modell csak meglehetősen pontatlanul illeszthető a normál mágnesezési görbe – origótól a telítésig terjedő – teljes tartományára.

Ezért a T(x) modellben szereplő, a reverzibilis mágnesezési folyamat leírására szolgáló lineáris tagot tanh függvényre módosítottam, és megkülönböztetésképpen a modell e változatát hiperbolikus modellnek neveztem. A hiperbolikus modell alkalmazhatóságát tanulmányoztam jelentősen eltérő mágneses jellemzőkkel rendelkező, lágymágneses FeSi ötvözetek esetén [S31]. A normál mágnesezési görbe méréssel meghatározott pontjaira illesztettem a normál görbének a hiperbolikus modellből származtatható alakját, továbbá számítással meghatároztam a telítési hiszterézis görbét és az abból származtatható mágneses jellemzőket (B<sub>s</sub>, B<sub>r</sub>, H<sub>c</sub>, permeabilitás görbe, vesztességi tényező). Megállapítottam, hogy a modell ezen verziója alkalmas a mágneses szempontból homogén jelen esetben egy ferromágneses szilárd oldat fázist tartalmazó – ötvözet mágnesezési görbéinek leírására [S31]. A mágneses szempontból inhomogén, azaz több eltérő mágneses tulajdonságú fázist tartalmazó ötvözetek esetén a hiperbolikus modell e változata már nem adott kielégítő eredményt.

Egyes mágneses anyagok, illetve mágnesezhető szerkezetek több, eltérő mágnesezési görbéjű térfogatrészt tartalmazhatnak. Ezek lehetnek eltérő, rendezett mágneses szerkezetű (ferro-, illetve ferrimágneses tulajdonságú) fémtani fázisok, illetve szövetelemek (például: ferrit, martenzit, bénit, perlit stb.) vagy más esetben egy mágneses kör eltérő ferromágneses anyagból készült részei. Ezeket az eltérő mágneses viselkedésű térfogatrészeket a továbbiakban összefoglalóan *mágneses elemek*nek nevezem.

Feltételeztem, hogy a több *mágneses elemet* tartalmazó rendszerekre érvényes a szuperpozíció elve, azaz lineáris rendszerként viselkednek. Az ilyen rendszerek esetén, ha valamely  $x_1(t)$  és  $x_2(t)$  gerjesztésekhez rendre  $y_1(t)$  és  $y_2(t)$  válaszok tartoznak, akkor az  $x(t)=a x_1(t) + b x_2(t)$  gerjesztéshez tartozó válasz  $y(t)=a y_1(t) + b y_2(t)$ , ahol a és b tetszőleges állandók. Ha a gerjesztés és a válasz kapcsolata nem függ attól az időponttól, amikor a gerjesztés hatni kezd akkor a rendszert időfüggetlen, azaz invariáns. A lineáris és invariáns rendszereket valamilyen lineáris, konstans együtthatós egyenlet vagy differenciál egyenletrendszer írja le [82].

Az előbbiek felhasználásával a hiperbolikus modellt alkalmassá tettem arra, hogy több mágneses elemet tartalmazó, azaz például több ferro-, illetve ferrimágneses tulajdonságú fémtani fázist tartalmazó ötvözetek mágnesezési görbéinek leírására is alkalmazható legyen. A modell e verzióját többfázisú hiperbolikus modellnek neveztem és Multiphase Hyperbolic Modell (MH-modell, illetve MHM) néven publikáltam [S17], [S20]. Az MH-modell általános alakját, azaz N-számú mágneses elemre (N-1 darab irreverzibilis és egy reverzibilis mágnesezési tag) felírt egyenleteit láthatjuk az alábbiakban (3)-(6).

Az (3) egyenlet a hiszterézismentes görbét írja le, (4) a hiszterézis hurok fel és lefutó szárait adja  $\pm \alpha_i$  szimmetrikus vízszintes eltolással. Megjegyzem, hogy az  $\alpha_i$  értéke fizikailag az adott mágneses elem koercitív terének tekinthető. Az (5) egyenlet adja a  $\beta$ -val jelölt függőleges eltolás mértéket annak a magától értetődő feltételnek megfelelően, hogy a fel és lefutó szárak a maximális H értékénél azonosak legyenek, azaz metsszék egymást. A (6) egyenlet

pedig a *mágneses elemek* relatív térfogatarányát adja, az összes mágneses elemet 100%nak tekintve. (Az I. és II. függelékek ábrái rendre szemléltetik a MH-modell felépítését és a modellből származtatható szimmetrikus belső hiszterézishurkok sorozatát.)

$$\frac{M}{M_{0}} = \sum_{i=1}^{N} [A_{i} \tanh(N_{i}H)]$$
(3)  
$$\frac{M_{+}}{M_{0}} = \sum_{i=1}^{N} (A_{i}f_{+}) + \beta$$
  
$$\frac{M_{-}}{M_{0}} = \sum_{i=1}^{N} (A_{i}f_{-}) - \beta$$
(4)

ahol:

*i*=1

$$f_{+} = \tanh[N_{i}(H - \alpha_{i})]$$

$$f_{-} = \tanh[N_{i}(H + \alpha_{i})]$$

$$\beta = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^{N} A_{i}(f_{-} - f_{+}) \quad ha \quad H = H_{m}$$

$$R_{i} = \frac{A_{i}}{\sum_{k=1}^{N} A_{i}} 100\%$$
(6)

Az MH modell egyenletei a következőképpen alakulnak a két mágneses elemet tartalmazó rendszerre: a hiszterézismentes görbe (7), a hiszterézisgörbe fel (+) és lefutó (-) szára (8), a normál mágnesezési görbe (9) alakja, továbbá a két irreverzibilis komponens és a reverzibilis komponens relatív térfogataránya (10). Ahol: Ni<sub>1</sub>, Ni<sub>2</sub>, N<sub>r</sub>,  $\pi$ ,  $\phi$ ,  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  a modell illesztő paraméterei. Az  $\alpha_1$  és  $\alpha_2$  a két irreverzibilis tag koercitív terének tekinthető (a reverzibilis tag koercitív tere zérus). A  $\pi$ ,  $\phi$  mennyiségek pedig a *mágneses elemek* súlytényezői.

$$\frac{M}{M_0} = \frac{\tanh(N_{i1}H) + \pi \tanh(N_{i2}H) + \phi \tanh(N_rH)}{1 + \pi + \phi}$$
(7)

$$\frac{M_{+}(H)}{M_{0}} = \frac{\tanh[N_{i1}(H - \alpha_{1})] + \pi \tanh[N_{i2}(H - \alpha_{2})] + \beta + \phi \tanh(N_{r}H)}{1 + \pi + \phi}$$

$$\frac{M_{-}(H)}{M_{0}} = \frac{\tanh[N_{i1}(H + \alpha_{1})] + \pi \tanh[N_{i2}(H + \alpha_{2})] - \beta + \phi \tanh(N_{r}H)}{1 + \pi + \phi}$$
(8)

$$\frac{M(H)}{M_{0}} = \frac{\tanh \left[N_{i1}(H + \alpha_{1})\right] + \tanh \left[N_{i1}(H - \alpha_{1})\right]}{2(1 + \pi + \phi)} + \pi \frac{\tanh \left[N_{i2}(H + \alpha_{2})\right] + \pi \tanh \left[N_{i2}(H - \alpha_{2})\right]}{2(1 + \pi + \phi)} + \phi \frac{\tanh \left(N_{r}H\right)}{1 + \pi + \phi}$$
(9)

$$\frac{\mathrm{M}(\mathrm{H})}{\mathrm{M}_{0}} = \mathrm{M}_{\mathrm{irrev}\,1} + \mathrm{M}_{\mathrm{irrev}\,2} + \mathrm{M}_{\mathrm{rev}}$$

$$V_{irrev1} = \frac{1}{1 + \pi + \phi} 100 \%$$

$$V_{irrev2} = \frac{\pi}{1 + \pi + \phi} 100 \%$$

$$V_{rev} = \frac{\phi}{1 + \pi + \phi} 100 \%$$
(10)

Az MH-modell néhány anyagvizsgálati alkalmazási lehetősége:

- Telítési állapothoz tartozó paraméterek, görbék extrapolálása
- *Mágneses elemek* pl. fázisok szétválasztása, mágnesezési görbéik meghatározása (mágnesezési görbék dekompozíciója)
- Egyes fázisátalakulási folyamatok vizsgálata
- Mágneses körök elemeinek szeparálása (NDE alkalmazások)
- Permeabilás értékek és görbék meghatározása
- Mágnesezési görbék adatainak bevitele végeselemes térszámító programokba
- Egyéb hiszterézises folyamatok leírása
- Mágneses mérések kiértékelése (MBDE)

#### 4.3.2 Az MH-modell tesztelése és validálása

Munkám során a normál mágnesezési görbe méréssel felvett – tipikusan 100-200 darab – pontjára Levenberg-Marquant [87] iterációs eljárással illesztetten az MH-modell szerinti normál görbét (8) (4.5 ábra). A kapott illesztőparamérek alapján a modell egyenletei segítségével határoztam meg a szimmetrikus belső- és telítési hiszterézis görbéket, a hiszterézismentes mágnesezési görbét továbbá a permeabilitás görbét. A számítások elvégzéséhez LabView alkalmazást készítettem, aminek illusztrációként egy eredmény képernyő képét mutatja a 4.6 ábra. (A III. függelék ábrái szemléltetik az MH-modell szerinti normál görbe illesztését a mérési pontokra továbbá a minta, számítással meghatározott mágnesezési görbéit.)

A közel nyolcvan, szélsőségesen eltérő mágnesezési görbéjű mintaanyag vizsgálata során megállapítottam, hogy az MH-modell szerinti normál görbe pontosan illeszthető a mérési pontokra. Az illesztés kapcsolaterősségét jellemző determinációs együttható (R<sup>2</sup>) értéke

kivétel nélkül minden esetben 0,98-nál nagyobbra adódott. A modell előnye, hogy bármelyik mágnesezési görbe, illetve hurok számítását lehetővé teszi, valamint az illesztő paraméterek jelentése értelmezhető.



4.5 ábra Illusztráció az MH-modell illesztése során végrehajtott regresszióhoz.

Egy minta normál mágnesezési görbéjének méréssel meghatározott 200 pontja és a MHmodell illesztett normál görbéje.



4.6 ábra Illusztráció az MH-modell alkalmazásához.

Egy minta normál mágnesezési görbéjének méréssel meghatározott 200 pontja (sárga) és a MH-modell felhasználásával illesztett normál görbe (piros). Továbbá a modellből számolt hiszterézis hurok (zöld), hiszterézismentes mágnesezési görbe (lila) és a hiszterézisgörbe mentén adódó differenciális permeabilitás görbe (pink). A modell illesztéséhez szükséges szoftvert kidolgoztam és működését számos mintán (szénacél, FeSi transzformátor lemezek, illetve FeNi ötvözetek) teszteltem. A továbbfejlesztett modell segítségével kitűnő illesztéseket kaptam és nagyon jó pontossággal tudtam a telítési hiszterézis hurkot extrapolálni a felvett első mágnesezési görbe kezdeti szakasza alapján. Az MH-modellt sikeresen alkalmaztam továbbá, a telítési indukció értékének extrapolációjára tíz eltérő tulajdonságú lágymágneses ötvözeten [S11], [S14].

Az Oxfordi Egyetem Engineering Sciences Tanszékével együttműködve, számos további mintán teszteltem és validáltam a többfázisú hiperbolikus mágnesezési görbe modellt. A mérések során az ún. belső mágnesezési görbék (szimmetrikus minor hurkok) sorozatát mértem és a hurkok csúcspontjainak mértani helyeként adódó első mágnesezési görbére végeztem a modell illesztését. A modell vizsgálatához speciálisan erre a célra készített mintákat készítettem. Ezek jelentősen eltérő mágneses tulajdonságokkal rendelkező lemezanyagok rétegezésével felépített szerkezetek, amelyek segítségével fizikailag modelleztem a több eltérő mágneses tulajdonságú fázist tartalmazó ötvözeteket. A vizsgálatokat az 1. táblázatban feltüntetett lemezmintákkal végeztem.

| Minta<br>jele | Alapanyag, állapot   | Mért koercitív<br>tér (A/m) | Keresztmetszet<br>(mm²) |
|---------------|--|-----------------------------|-------------------------|
| S4            | Alacsony karbontartalmú acél (AISI 1010)<br>lágyított állapot        | 266                         | 15.28                   |
| S6            | Közepes karbontartalmú acél (AISI 1050)<br>hidegen hengerelt állapot | 308                         | 15.28                   |
| S8            | Nagy karbontartalmú acél (AISI 1074)<br>hidegen hengerelt állapot    | 555                         | 20.13                   |
| S11           | Permalloy (Fe-76%Ni) hidegen hengerelt<br>állapot                    | 172                         | 9.7                     |
| S13           | Közepes karbontartalmú acél (AISI 1050)<br>lágyított állapot         | 336                         | 6.35                    |
| S17           | Nagy karbontartalmú acél (AISI 1080)<br>normalizált állapot          | 513                         | 7.98                    |

| agok. |
|-------|
|       |

A vizsgálat során az 4.1 táblázatban feltüntetett lemezminták szimmetrikus belső hiszterézis görbéinek sorozatát mértem a 3.1 fejezetben ismertetett SMT elrendezésű AC magnetométerrel. Minden minta, illetve mintakombináció esetén a normál mágnesezési görbe 200 pontját határoztam meg. A maximális gerjesztő tér 2100 A/m volt. A lemez mintákat egymásra rétegezve az alábbi kombinációkban végeztem méréseket: S6+S17, S4+S17, S6+S8, S11+S13, 2xS11+S13. A normál mágnesezési görbe MH-modell szerinti, két mágneses elemet tartalmazó alakját (9) illesztettem a mérési pontsorozatra.
Megállapítottam, hogy az MH-modell normál mágnesezési görbéje kitűnően illeszthető a mérési pontokra (4.7 ábra). Valamint az illesztési paraméterek felhasználásával az eltérő mágneses tulajdonságú részek, fázisok, illetve szövetelemek – azaz, *mágneses elemek* – mágnesezési görbéi (normál és hiszterézis) meghatározhatóak (4.8 ábra), vagyis az eltérő tulajdonságú *mágneses elemek* dekompozíciója végrehajtható [S17], [S20]. A IV. függelék ábrái az S6+S17 mintakombináció mért normál mágnesezési görbéit és az MH-modellből számított mágnesezési görbéket szemléltetik.

A rétegezéssel összeállított minták és az őket felépítő lemezek (azaz, a *mágneses elemek*) méréssel meghatározott, illetve a dekompozíció módszerével számított hiszterézis görbéiből származtatott koercitív tér és remanens indukció adatokat tartalmazza a 4.2 táblázat. Ahol; H<sub>c</sub>: a mintakombináció koercitív tere, B<sub>r</sub>: a mintakombináció remanens indukciója, H<sub>c1</sub>, illetve H<sub>c2</sub>: a felépítő lemezek koercitív tere. A felépítő lemezminták (*mágneses elemek*) keresztmetszet adataiból, illetve az MH-modell alapján számított relatív térfogatarányát tartalmazza a 4.3 táblázat a vizsgált mintakombinációk esetén.

| Minta                 | S6 + S17 |      | S4 + S17 |      | S6 + S8 |      | S11 +S13 |      | 2*S11 + S13 |      |
|-----------------------|----------|------|----------|------|---------|------|----------|------|-------------|------|
|                       | exp      | calc | exp      | calc | exp     | calc | exp      | calc | exp         | calc |
| H <sub>c</sub> (A/m)  | 365      | 361  | 322      | 318  | 400     | 392  | 236      | 231  | 208         | 201  |
| H <sub>c1</sub> (A/m) | 308      | 311  | 266      | 272  | 308     | 303  | 172      | 177  | 172         | 174  |
| H <sub>c2</sub> (A/m) | 513      | 518  | 513      | 517  | 555     | 560  | 336      | 331  | 336         | 331  |
| B <sub>r</sub> (T)    | 1.51     | 1.55 | 1.43     | 1.47 | 1.52    | 1.59 | 1.21     | 1.18 | 1.02        | 1.10 |

**4.2 táblázat** A mintakombinációk méréssel, ill. az MH-modell alapján számított jellemzői.

| 4.3 táblázat | A mágneses elemek méréssel, ill. az MH-modell alapján számított relatív |
|--------------|---|
|              | térfogataránya az egyes mintakombinációk esetén.                        |

| Minta   | S6 + S17 |      | S4 + S17 |      | S6 + S8 |      | S11 +S13 |      | 2*S11 + S13 |      |
|---|----------|------|----------|------|---------|------|----------|------|-------------|------|
| Felépítő minták   | S6       | S17  | S4       | S17  | S6      | S8   | S11      | S13  | 2*<br>S11   | S13  |
| A <i>mágn</i> eses<br>elemek mért<br>relatív<br>térfogataránya<br>(%) *       | 65.7     | 34.3 | 65.7     | 34.3 | 43.2    | 56.8 | 60.4     | 39.6 | 75.3        | 24.7 |
| A <i>mágn</i> eses<br>elemek számított<br>relatív<br>térfogataránya<br>(%) ** | 65.9     | 34.1 | 66.6     | 33.4 | 41.4    | 58.6 | 61.8     | 38.2 | 75.8        | 24.2 |

\* A 4.1 táblázatban feltüntetett keresztmetszetek alapján számolva.

\*\* Az MH-modell alapján számolva.

Megállapítottam, hogy a *mágneses elemek* dekompozíció módszerével számolt hiszterézis görbéi jó pontossággal megegyeznek a méréssel meghatározottakkal. A rétegezett mintákat felépítő lemezek (*mágneses elemek*) méréssel és a dekompozíció módszerével meghatározott hiszterézis görbéből származtatott H<sub>c</sub> értékei között az eltérés minden

esetben 3% alattira, az eltérő tulajdonságú ferromágneses részek relatív térfogataránya esetén pedig 5%-nál kisebbre adódott.



**4.7 ábra** A két mintából álló (S6+S17) modellanyag normál mágnesezési görbéjének méréssel meghatározott 200 pontja és a MH-modell illesztett normál görbéje.



**4.8 ábra** Az MH-modell segítségével dekomponált *mágneses elemek* normál mágnesezési görbéi (a,) és hiszterézis görbéi (b,).

#### 4.3.3 MBDE (Model Based Data Evaluation) eljárás kidolgozása

Kidolgoztam az MH-modellen alapuló, a több mágneses elemet tartalmazó rendszerek *mágneses elemek*re való bontására szolgáló ún. MBDE (Model Based Data Evaluation) eljárást. Ennek lépései a következőek: (A IV. függelék szemlélteti, egy választott mintára vonatkozóan a *mágneses elemek*re bontás lépéseit.)

- 1. Szimmetrikus belső (minor) hiszterézis hurkok szisztematikus sorozatának mérése.
- 2. A normál mágnesezési görbe meghatározása.
- 3. Az MH-modell szerinti normál görbe illesztése a mérési pontokra.
- 4. A mágnesezési görbék felbontása (dekompozíció).
- 5. A komponensek hiszterézis és normál görbéinek számítása (minor+telítési). Irreverzibilis fázisok és reverzibilis fázis relatív mennyiségének számítása.

Munkámban, a későbbiekben is fontos szerepet kapott az MH-modell és az ezen alapuló kiértékelési eljárás (MBDE) alkalmazása.

Az MH-modellt sikeresen alkalmaztam hőfárasztott [S45], [S19], [S81], illetve kúszatott minták [S9], [S15] mért mágnesezési görbéinek kiértékelésére. E vizsgálatok eredményeiről a leromlási folyamatokkal foglalkozó 5. fejezetben számolok be.

Az MH-modell és az MBDE kiértékelési eljárás alkalmazhatóságát igazoltam ún. TRIP (Transformation Induced Plasticity) [S18], [S55] és lean-duplex korrózióálló acélokon [S10]. E vizsgálatok eredményeit a fázisátalakulásokkal foglalkozó 6. fejezetben foglaltam össze.

### 4.3.4 Mérőfej és légrés független mérési eljárás kidolgozása

A nehezen megbontható és nagy értékű szerkezetek ipari körülmények mellett történő mágneses roncsolásmentes vizsgálataihoz, illetve maradék élettartam becsléséhez elsősorban a mozgatható formában megvalósítható mérőfej segítségével működő mérési eljárásokat alkalmazhatjuk.

A nagyméretű nyomástartó edényeken, csővezetékeken végzett mágneses roncsolásmentes (on-line) vizsgálatok esetén a vizsgált darabot, annak felületére helyezett mágnesező járommal, AC gerjesztéssel mágnesezzük (4.9 ábra). A mágnesezési görbék méréséhez szükséges detektor tekercset azonban – a laboratóriumi mérésekkel ellentétben – nincs módunk a minta köré elhelyezni [S12], a detektor tekercs a mágnesező járom körül helyezkedik el. A járomból, a mintából és a közöttük szükségszerűen lévő kisebb-nagyobb légrésből álló összetett mágneskör jön létre. A járom körüli detektor tekercs mindhárom rész mágneses hozzájárulásának eredőjét méri. Ennek következménye, hogy a hordozható mérőfejjel végzett mérések eredménye függ a mágnesező járom tulajdonságaitól és légrés nagyságától egyaránt.

Kidolgoztam egy új, az MH-modellre alapuló méréskiértékelési eljárást, ami lehetővé teszi, hogy a mérőfejjel végzett mágneses mérések eredményét függetlenné tegyük a mérőfej adottságaitól és a mágnesező pólusok és a minta felülete közötti légrés (lift-off) nagyságától, amire az MBDE kiértékelési eljárás adott módot. Ezzel ugyanis a mágneskör három mágneses elemének hozzájárulását módunk van szétválasztani, azaz szeparálni.

A vizsgálatok során hat rendkívül eltérő mágneses tulajdonságú mintán, három eltérő anyagú mágnesező járommal végeztem vizsgálatokat. A minták AISI 1080 típusú, alacsony ötvözésű szénacél hőkezelésével készítettem, fokozatosan növelve a keménységet a lágyított állapottól az edzettig. A vizsgálathoz használt Vickers keménységének adatait tartalmazza a 4.4 táblázat.



4.9 ábra A mágneses mérésekhez használt mérőfej szokásos felépítése.

A mérőfejekben lévő mágnesező jármok lemezelt FeSi, MnZn kerámiaferrit, illetve lágyvasból (Armco) készültek. A mért normál mágnesezési görbéket a MH-modell felhasználásával felbontottam így meghatározva a minta, mágnesező járom és légrés mágneses hozzájárulását (4.10 ábra). Az MH-modellben szereplő, a minta koercitív terének megfeleltethető illesztő paraméterből ( $\alpha_1$ ) számolt, azzal arányos mágneses jellemző a  $H_{cm} = \alpha_1 \frac{H_{max}}{10}$ , ahol:  $H_{max}$  a mérés során alkalmazott legnagyobb gerjesztő mágneses tér.

4.4 táblázat A vizsgálathoz használt minták Vickers keménységének adatai.

| Minta száma | Vickers keménység |  |  |  |  |
|-------------|-------------------|--|--|--|--|
| 1           | 167               |  |  |  |  |
| 2           | 280               |  |  |  |  |
| 3           | 402               |  |  |  |  |
| 4           | 418               |  |  |  |  |
| 5           | 552               |  |  |  |  |
| 6           | 803               |  |  |  |  |

A  $H_{cm}$  mennyiség értéke a mérőfej és a minta közötti légrés nagyságától függetlennek adódott a légrés 0 - 0,8 mm tartományában minden minta és mérőfej esetén (4.11 és 4.12 ábrák).

Igazoltam, hogy a MBDE kiértékelési eljárás segítségével a mérőfej geometriájától és anyagától továbbá légrés hatásától függetlenítve határozhatjuk meg a vizsgált minta mágnesezési görbéit [S19], [S45], [S57]. Ez a méréskiértékelési eljárás széleskörű alkalmazását teszi lehetővé a roncsolásmentes anyagvizsgálatban.

dc\_839\_14



4.10 ábra A mért normál mágnesezési görbe és a dekompozíciójával kapott görbék.



4.11 ábra A mért (H<sub>cm</sub>) jellemző eltérő mérőfej-minta légrés (lift-off) nagyságok esetén.

dc 839 14



**4.12 ábra** A mért (H<sub>cm</sub>) jellemző eltérő anyagú mágnesező jármok esetén. Lift-off: 0,5 mm.

Megítélésem szerint a kutatás ezen eredményei hozzájárulnak a roncsolásmentes vizsgálati eljárások alkalmazhatóságának javításához, ezzel megbízhatóbb információt adnak a vizsgált szerkezeti elemek elhasználódásának mértékéről, s így lehetővé teszik azok maradék élettartamának a jelenleginél pontosabb becslését.

### 4. fejezet összefoglalása (A többfázisú hiperbolikus modell.)

Kidolgoztam a többfázisú hiperbolikus mágnesezési görbe modellt (MH-modell) [S17], [S20]. Elkészítettem a modell illesztéséhez szükséges szoftvert, működését számos mintán teszteltem, alkalmazhatóságát, érvényességét igazoltam [S11], [S14].

Kidolgoztam egy az MH-modellre épülő méréskiértékelési eljárást (MBDE) [S17], [S20], ami eltérő tulajdonságú *mágneses elemek*et tartalmazó szerkezetek esetén lehetővé teszi, az azokat felépítő *mágneses elemek* mágnesezési görbéinek és azok relatív térfogatarányának meghatározását. (A mágneses elemek lehetnek; rendezett mágneses szerkezetű (ferro-, *illetve ferrimágneses tulajdonságú*) fémtani fázisok, *illetve szövetelemek vagy más esetben egy mágneses kör eltérő ferromágneses anyagból készült részei.*)

Eltérő mágneses tulajdonságú minták rétegezésével előállított modell mintasorozaton igazoltam, hogy a mágneses mérések eredményeiből az eltérő tulajdonságú ferromágneses fázisok, illetve szövetelemek relatív térfogataránya és azok egyedi mágneses tulajdonságai meghatározhatóak [S17], [S20]. E vizsgálatok eredményei igazolták az MH-modell alkalmazhatóságát és validálták azt.

Az MH-modellen alapuló dekompozíciós eljárás sikeres alkalmazhatósága igazolja, hogy a több eltérő tulajdonságú "mágneses elemet" tartalmazó szerkezetek, illetve ötvözetek esetén az azokat felépítő *mágneses elemek* mágnesezési görbéi a relatív térfogataránnyal súlyozva összegződnek és közöttük egyéb kölcsönhatást nem szükséges feltételeznünk. Megállapítottam, hogy a több mágneses elemet tartalmazó szerkezetekre, illetve ötvözetekre

érvényes a szuperpozíció elve [83], [84], [85], [86]. Vagyis, a több mágneses elemet tartalmazó szerkezetek, illetve fémtani rendszerek lineáris operátorként viselkednek.

Kidolgoztam egy, az MH-modellre alapuló mérés kiértékelési eljárást, aminek segítségével a mérőfej geometriájától és anyagától továbbá a mérőfej és a minta közötti légrés (lift-off) hatásától függetlenítve meghatározhatóak a vizsgált minta mágnesezési görbéi [S19], [S45], [S57]. Ez a méréskiértékelési eljárás széleskörű alkalmazását teszi lehetővé a roncsolásmentes anyagvizsgálatban.

## 5. MELEGSZILÁRD ACÉLOK LEROMLÁSI FOLYAMATAI

### 5.1 Melegszilárd acélok leromlási folyamatainak áttekintése

Gazdasági szempontból alapvető fontosságú, hogy az energetikai ipar nagy értékű berendezéseit (csővezetékek, hőcserélők, kazánok, nyomástartó edények) a leghosszabb ideig tudjuk biztonságosan üzemeltetni. Ez szükségessé teszi e berendezések folyamatos állapotellenőrzését és szükség esetén regenerálását. Ezért napjainkban egyre nagyobb az igény olyan roncsolásmentes vizsgálati eljárásokra, amelyek további megbízható információt szolgáltatnak a szerkezeti elemek elhasználódásának mértékéről, s így lehetővé teszik azok maradék élettartamának pontosabb becslését.

A hőerőművekben alkalmazott csővezetékek és egyéb fontos szerkezeti elemek elhasználódását döntően a következő igénybevételek, illetve fémtani folyamatok valamint ezek kölcsönhatásai okozzák [4], [5], [6], [7], [8], [9], [10], [11], [15], [17], [18], [19], [20]:

- mechanikai fáradás,
- a ciklikus hőterhelés következtében létrejövő ún. hőfáradás,
- nagy hőmérsékleten (550-600 °C) és nagy nyomáson üzemelő csővezetékek esetén kúszás,
- a hőfáradási és kúszási folyamatok kölcsönhatása,
- különböző típusú korróziós folyamatok.

A melegszilárd anyagokban a hosszú idejű, nagy hőmérsékletű üzemeltetés során végbemenő leromlási folyamatok szerkezeti változásokhoz, illetve repedések kialakulásához vezethetnek [5], [6], ezért az ilyen körülmények között üzemeltetett szerkezeti anyagok állapotának monitorozása alapvető fontosságú. A leromlási folyamatok kezdeti szakaszaiban az alkatrészek élettartama regeneráló hőkezelés segítségével meghosszabbítható, a makrorepedések kialakulásáig eltelő idő megnövelhető.

A következőkben röviden összefoglalom a melegszilárd acélok legfontosabb tönkremeneteli folyamatait, különös tekintettel a nagy hőmérsékleten lezajló károsodási folyamatokra. Számos alkatrész, mint például az erőművi gőzvezetékek, gázturbinák, kovácsoló szerszámok, süllyesztékek, fékdobok tranziens hőmérsékletváltozásnak van kitéve az üzemeltetése során. Az erőművi gőzvezetékek anyagai esetén az indítási és leállási üzemállapotok közötti átmenetet a normál- és a maximális üzemeltetési hőmérséklet közötti (25-550°C) gyors változást jelenti.

A hőmérsékletváltozásokból adódó *termikus fáradási folyamatok* jellemzően a nagy falvastagságú elemek esetén jelentkeznek. A fő nyomó feszültség többnyire az indítás közbeni hőmérsékletváltozásból adódik, amihez a későbbi üzemeltetés és leállítás során hozzáadódhatnak különféle nyomó és húzófeszültségek. Mivel a termikus ciklusok során képlékeny alakváltozás is létrejöhet az anyagban és a repedések általában kevesebb, mint 50 ezres ciklusszám alatt jönnek létre, ezért a folyamatot kisciklusú fáradásnak kell tekintenünk. A kisciklusú mechanikai fáradásnak és a hőfáradási folyamatnak van néhány eltérő vonása. A termikus kifáradás során fellépő képlékeny alakváltozások mindig a darab legmelegebb részére koncentrálódnak még abban az esetben is, ha a szerkezeti elem nem tartalmaz feszültséggyűjtő helyeket. Ezzel magyarázható, hogy a termikusan fárasztott

próbatest esetén a töréshez szükséges ciklusszám nagyságrenddel kisebb lehet, mint az azonos nyúlásamplitúdóval 350°C-on mechanikusan fárasztott próbatestté [7]. A hőerőművek kazánjainak tűzterében gyakran előfordul az akadályozott hőtágulás és egyenetlen hőmérséklet eloszlás miatti nyúláslokalizáció.

A nagy hőmérsékleten lezajló fáradási jelenséget számos időfüggő, az élettartamot befolyásoló folyamat irányíthatja, mint például a metallurgiai instabilitásból adódó fázisátalakulások, öregedés, kúszás, oxidáció, karbon felvétel, karbid-fázisok kialakulása, illetve beoldódása [8], [9], [16].

A hőmérséklet váltakozása közben létrejövő hőtágulási és zsugorodási folyamatok akadályozása, azaz a mechanikai kényszer szükséges követelmény a termikus fáradási folyamat létrejöttéhez. Megkülönböztethetünk külső és belső kényszereket. A külső kényszerek a váltakozó hőmérsékletnek kitett alkatrész felületén lévő, a mozgást gátló határfeltételek. Ebben az esetben, amikor a termikus fárasztás során a hőtágulás, illetve zsugorodás közbeni elmozdulás kényszere külső határfeltételekkel gátolt, termo-mechanikus fárasztásról beszélünk. Belső kényszerként értelmezzük, amikor az anyagon vagy alkatrészen belül eltérő hőmérsékletű részek között keletkezik termikus feszültség, illetve ha különböző fázisok, szövetelemek, illetve egyéb anyagszerkezeti elemek gátolják az elmozdulást. Ebben az esetben termikus-feszültségi fáradásról beszélünk. [14], aminek elsősorban a gyors fűtési vagy hűtési folyamatnak kitett alkatrészek esetében van jelentősége.

A gyorsított élettartam vizsgálatokhoz, illetve az élettartam becsléséhez egyidejű mechanikai és termikus ciklusok ismétlésével történő ún. termo-mechanikus fárasztást alkalmazhatunk, ami megfelelő beállítások esetén jól modellezheti a valódi ipari körülményeket.

A termikus fáradás során az ismétlődő hűtési, illetve fűtési ciklusokból adódó hőtágulás és zsugorodás részlegesen vagy teljes mértékben korlátozva van, ami hőfeszültséget hoz létre az adott alkatrészben. Ez fokozatos leromlási folyamatot eredményez, ami végül fáradásos repedés létrejöttéhez és terjedéséhez vezet. A hagyományos termikus fárasztóvizsgálatok esetén egy mindkét végén mereven befogott próbatest egy meghatározott szakaszát fűtjük, illetve hűtjük [14]. A korszerű vizsgáló berendezésekben a próbatest két végének befogása különféle szervo-, illetve hidromotorok segítségével történik és egy szabályozási körön keresztül hajtják végre az előre betáplált távolsági- vagy erőkényszer programot.

A nagy hőmérsékleten igénybevett berendezések alkatrészeit számos esetben állandónak tekinthető feszültség terheli. Ennek nagyságától függően az idő múlásával az alkatrész lassú képlékenyen alakváltozást szenvedhet [12], [13], [16]. A nagy hőmérsékleten a folyáshatárnál alacsonyabb mechanikai igénybevétel hatására is létrejövő lassú képlékeny alakváltozást *kúszásnak* nevezzük [16]. A kúszást okozó igénybevételt dolgozatom további részében kúszási igénybevételként említem. A képlékeny alakváltozás – és ezzel együtt a károsodás – mértékét a hőmérséklet, az idő, és a mechanikai terhelés is befolyásolja. A kúszási folyamat által okozott károsodás széles hőmérséklet tartományban létrejöhet, azonban a műszaki gyakorlatban a fémek, illetve fémötvözetek kúszása akkor okoz problémát, ha az üzemeltetési hőmérséklet közel van az ún. újrakristályosodási hőmérséklethez. Ilyen hőmérsékleten ugyanis már a fémionok és vakanciák diffúziós sebessége nagy s így az éldiszlokációk és vakanciák kölcsönhatása létrejöhet.

A kúszási folyamat során létrejövő alakváltozást az idő függvényében ábrázolva kapjuk az ún. kúszásgörbét, ami három fő szakaszra osztható (5.1 ábra).



**5.1 ábra** A kúszási folyamat tipikus alakváltozás-idő diagramja, illetve az alakváltozási sebesség alakulása a kúszási idő függvényében [16].

Az első szakasz a kezdeti rugalmas alakváltozást követően képlékeny alakváltozást mutat, ami a felterhelés közvetlen hatásaként jön létre. Ezt, a primer kúszásnak nevezett szakaszt csökkenő (képlékeny) alakváltozási sebesség jellemzi, ennek során a fémben lévő kristályhibák átrendeződnek a hőmérséklet és a terhelés hatására. A második, szekunder kúszásnak nevezett szakaszban az alakváltozási sebesség állandósul. E szakasz során egyensúlyban van az alakítási keményedés, illetve az újrakristályosodás során bekövetkező lágyulási folyamat. Az egész terhelési folyamatot tekintve ebben a szakaszban a legkisebb az alakváltozási sebesség. Kúszásálló anyagok esetén ez a szekunder szakasz közel egyenesnek, vagyis az alakváltozási sebesség állandónak tekinthető. Gyakorlati szempontból ez a legfontosabb tartomány, ugyanis ebből lehet következtetni, hogy mennyi ideig terhelhető az anyag az adott terhelési szinten és üzemi hőmérsékleten. A harmadik, tercier kúszásnak nevezett, végső szakaszban az alakváltozási sebesség drasztikusan megnő, ami egészen a végső törésig tart. A folyamat során elsődlegesen szövetszerkezeti változások történnek. A terhelés alatti újrakristályosodás elősegíti az alakváltozási sebesség növekedését, amihez hozzájárul a kúszásvizsgálat során létrejövő keresztmetszet csökkenés vagy kontrakció. A kúszási folyamat során üregek, illetve üregsorok alakulhatnak ki, amelyek elsősorban szemcsehatárok mentén keletkeznek, ott is többnyire kiválások mellett jönnek létre.

Az ötvözetek kúszási tulajdonságaival kapcsolatban néhány általános megállapítást tehetünk. A kúszási tulajdonságokat nagymértékben befolyásolja az ötvözet kristály és szövetszerkezete. A gyakorlatban használt kúszásra terhelt anyagok többfázisú ötvözetek, amelyek sok esetben kiválásokat is tartalmaznak. Mivel a krisztallithatárok jelentős szerepet

töltenek be az alakváltozási folyamatban, ezért a krisztallitméret növelésével javulnak a kúszásállósági tulajdonságok. Fogalmazhatunk úgy is, hogy a kúszásállóság az egyetlen olyan mechanikai jellemző, aminél előnyös a nagy krisztallitméret. A fkk és hexagonális rácsú ötvözetek kúszásállósága jobb, mint a tkk ötvözeteké, ugyanis a tkk fémek csúszósíkjainak száma nagyobb, mint a másik két említett kristályszerkezeté. A többfázisú ötvözetek kúszásállóbbak, mint a homogének, különösen, ha a második fázis rendezett rácsú szilárd oldat.

Az emelt hőmérsékleten elszenvedett fárasztó igénybevétel során kúszási hatás is érvényesülhet, ha a minta vagy alkatrész statikus terhelésnek is ki van téve. A fáradási és a kúszási folyamat kölcsönhatása jelentősen gyorsíthatja a tönkremeneteli folyamatot. Ennek a folyamatnak a leírására többféle modell került kidolgozásra. S.W. Nam szerint a fáradási ciklus alatti képlékeny deformáció közben üres rácshelyek alakulnak ki, amelyek szemcsehatármenti üregekké csoportosulnak. Ezek az üregcsoportok a hőntartási idő alatt folyamatosan növekednek és repedéseket hozhatnak létre [10], [11].

Az előbbieknek megfelelően a mechanikai fáradás és a hőfáradás hatására megváltozik a csővezeték alapanyagául szolgáló acél diszlokáció-sűrűsége és diszlokációs szerkezete. A diszlokációk számának jelentős növekedése és sorokba rendeződésük a szubszemcse szerkezet kialakulásához vezet. E fémtani változások végső soron a szerkezeti elem kifáradását és tönkremenetelét okozzák. Ugyanakkor a tönkremeneteli folyamat által létrehozott szerkezeti változások a vizsgált acél mágneses tulajdonságainak megváltozását is eredményezik. Az irodalomban fellelhető adatok és az e témában végzett kutatásaim tapasztalata alapján állítható, hogy a degradációs folyamatok hatására detektálható mértékben változik a minta számos mágneses jellemzője [22], [23], [25], [26], [27], [30].

### 5.2 Melegszilárd acélok leromlási folyamataihoz kapcsolódó vizsgálatok

Kutatási munkám e részében egyes erőművekben alkalmazott melegszilárd acélok üzemelése következtében végbemenő leromlási folyamatokat tanulmányoztam. Ennek során a leromlási folyamatok által létrehozott szerkezeti változások mágneses tulajdonságokon keresztül történő jellemzésével foglalkoztam. Célom volt továbbá olyan új, elsősorban mágneses méréseken alapuló roncsolásmentes vizsgálati módszerek fejlesztése, illetve továbbfejlesztése, amelyek alkalmasak a melegszilárd acélok degradációjának a jelenleginél pontosabb kimutatására akár ipari körülmények között végzett mérések esetén is.

A kísérleti munkám során a hőfárasztó és kúszási igénybevétel hatását vizsgáltam egyes mágneses jellemzőkre. Vizsgálataimat a következő erőművekben gyakran alkalmazott következő acéltípusokon végeztem: 15Mo3, A193-B16, 10CrMo910, 12H1MF, 15H1MF.

### 5.2.1 Hőfárasztó igénybevétel által okozott leromlási folyamat

A hőfárasztó igénybevétel által okozott leromlási folyamatot négy mintasorozaton végzett vizsgálatok során tanulmányoztam.

Az első három mintasorozatban 15Mo3 típusú ferrit-perlites melegszilárd acélon végeztem kísérleteimet. Ezt az acéltípust gyakran alkalmazzák hőerőművekben gőzvezetékek és túlhevítőcsövek alapanyagául. Az alapanyag hőkezelése két lépésben történt; 920°C

hőmérsékleten 50 perces hőntartást követően levegőn hűlt, majd a második lépésben 720°C hőmérsékleten 90 perces hőkezelést kapott és ismét levegőn hűlt.

Az eredeti rúdanyagból az 5.2 ábra szerinti, két végükön befogó fejekkel ellátott hőfárasztó próbatesteket munkáltattam ki, amelyek hengeres vizsgálati része 5 mm átmérőjű volt.



5.2 ábra A hőfárasztó próbatest geometriája.

A melegszilárd erőművi acél mintákat kisciklusú hőfárasztásnak vetettem alá és meghatároztam az anyag tönkremeneteli határát. A minták tönkremenetele, azaz teljes elhasználódása alatt a felületen 0,1 mm-nél szélesebb, makroszkopikus repedések megjelenését és az ezzel együtt járó átmérő növekedést az ún. hordósodást értettem. Felhasználói szempontból az ilyen nagymértékben elhasználódott szerkezeti anyagok teljes mértékben tönkrementnek tekinthetőek és természetesen nem fordulnak elő üzemelő erőművekben. Ezt követően – a tönkremenetelhez tartozó időt, illetve ciklusszámot 100%-nak tekintve – az élettartam különböző mértékéig hőfárasztottam a további mintákat, és vizsgáltam rajtuk a mágneses tulajdonságok változását a tönkremeneteli folyamat egyes szakaszai során.

A hőfárasztó vizsgálat során, az erre a célra épített berendezésben, a végeiken elmozdulás mentesen rögzített minták periodikus felfűtése és lehűtése történt. A hőfárasztó berendezés vázlata, képe és a hőfárasztás időprogramja a 5.3 ábrán látható. A hőmérséklet ciklusok hozzávetőlegesen 8 másodpercesek voltak, a mintákat a rajtuk keresztülvezetett áram Joule hője fűtötte fel, amikor a minta közepén mért hőmérséklet az 550 °C-os értéket elérte a fűtés leállt és ezzel egyidejűleg a mintákat hideg folyóvíz gyorsan hűtötte. A vizsgált minták 0, 100, 300, 530, 1000, 2000, 4000 fárasztóciklusnak lettek alávetve. A legnagyobb alkalmazott ciklusszám esetén a minta az alkalmazás szempontjából teljesen tönkrementnek volt tekinthető, felületén jól látható repedések voltak találhatóak, középső részének átmérője számottevően megnövekedett, azaz hordósodott.

A negyedik kísérletsorozatban 10CrMo910, 12H1MF, 15H1MF típusú melegszilárd acélokon végeztem kísérleteimet. E kísérletsorozat a hőfáradási folyamat kezdeti szakaszán lévő, kismértékben károsodott mintákat tartalmazott, amelyeken sem repedések, sem hordósodás nem volt megfigyelhető. E minták jól reprezentálják a valós ipari körülmények között üzemeltetett minták, szokásos elhasználódottsági szintjét.

dc\_839\_14



**5.3 ábra** A hőfárasztó berendezés vázlata, fényképe és a hőfárasztás időprogramja.

Az első hőfárasztott mintasorozat (vizsgált acél: 15Mo3) esetén a koercitív tér értékét az 3.1 pontban ismertetett AC magnetométerrel, két U-alakú fluxusvezető járommal zárttá tett mágneskörben végzett méréssel, a Barkhausen-zaj méréseket az 3.4 pontban részletezett mérőberendezéssel végeztem. Az AC magnetométeres mérések során alkalmazott legnagyobb gerjesztő tér 4500 A/m volt, ami biztosította a minták mágneses telítését. A koercitív tér értékét a mért telítési hiszterézis görbékből határoztam meg.

Megállapítottam, hogy a hőfárasztó ciklusszám növekedésével három eltérő fémtani hátterű szakasz különíthető el (5.4 ábra). Az első, mintegy 300 ciklusban a koercitív tér csökkenése és a Barkhausen-zaj RMS értékének növekedése figyelhető meg, azaz ciklikus lágyulás következik be. Ezt követően, hozzávetőlegesen 300 és 1200 ciklus között a H<sub>c</sub> növekszik, amit a diszlokációk számának növekedésével, illetve ezek sorokba rendeződésével hoztam kapcsolatba. A hőfárasztás során létrejövő és egyre csökkenő méretű szubszemcsék határai ugyanis hatékonyan képesek akadályozni a mágneses doménfalak mozgását, ami a koercitív tér növekedéséhez, azaz mágneses keményedéshez és ezzel egyidejűleg a Barkhausen-zaj csökkenéséhez vezet. A ciklusszám további növekedésének hatására már létrejönnek a mikro-, illetve 1200 ciklusszám felett már a felületen is látható makroszkopikus repedések, ami feszültség relaxációval jár és így növeli a Barkhausen-zaj RMS értékét és a koercitív tér csökkenését okozza [S24], [S64], [S44].

dc\_839\_14



5.4 ábra A Barkhausen-zaj és a koercitív tér változása hőfárasztó igénybevétel hatására.

A második hőfárasztott mintasorozatban (vizsgált acél: 15Mo3) mozgatható, a mérendő minta felületére helyezett mérőfejjel végeztem a méréseket. Ez a kísérleti megvalósítás alkalmas – akár ipari körülmények esetén is – roncsolásmentesen végrehajtott mérésekhez. A mérőfej segítségével elérhető legnagyobb gerjesztő mágneses tér – magától értetődően – nem érheti el a laboratóriumi körülmények között végrehajtott magnetométeres mérések esetén alkalmazottat. Méréseim során a maximális gerjesztő tér mintegy 2000 A/m volt, ami lényegesen alacsonyabb, mint a telítéshez szükséges mágneses térerősség. A mérések során a szimmetrikus belső hiszterézis görbék csúcspontjai által meghatározott ún. normál mágnesezési görbét határoztam meg. Az eredmények kiértékelését a 4.3.3 pontban ismertetett MBDE eljárással végeztem. Ennek során a kísérletileg meghatározott normál mágnesezési görbe pontjaira illesztettem a hiperbolikus mágnesezési görbe modellből, számított elméleti görbét (9). A modell a1 jelű illesztő paraméterét (illetve az ebből származtatott, egyenesen arányos H<sub>cm</sub> mennyiséget) vezettem be és használtam a hőfárasztó igénybevétel által okozott szerkezeti változások jellemzésére (5.5 ábra) [S81], [S45], [S19]. A kapott eredmények jól megfelelnek az első mérési sorozatban kapottaknak. A három eltérő viselkedésű szakasz itt is jól elkülöníthető. Az első 300 ciklus során az α1 csökkenését, azaz ciklikus lágyulást detektáltam, amit a hozzávetőleg 1000-es ciklusszámig keményedés, majd e fölött lágyulás követett.

Megjegyzem, hogy az  $\alpha_1$  értéke az MH-modellben a minta koercitív terének feleltethető meg. Meghatározása azonban nem teszi szükségessé a mért minta mágnes telítését azaz, relatíve kis gerjesztéssel végzett mérések eredményeiből a koercitív térnek megfelelő szerkezetérzékeny jellemző ( $\alpha_1$ ) származtatható. Az MH-modell alkalmazása azzal a további előnnyel is jár, hogy segítségével a mérés eredménye függetlenné tehető a mágnesező járom tulajdonságaitól továbbá a járom és a minta közötti légrés (lift-off) nagyságától [S19], [S45]. E kérdéskör részleteinek tárgyalása a dolgozat 4.3.4 pontjában található.

dc\_839\_14



**5.5 ábra** Az MH-modell α<sub>1</sub> paraméterének változása a hőfárasztó ciklusok függvényében.



a, Kiindulási állapot.



c, 500 ciklus



b, 300 ciklus



d, 2000 ciklus



5.6 ábrán a hőfárasztott sorozatból származó négy minta Az transzmissziós elektronmikroszkópi felvétele látható [33], [34]. A TEM vizsgálatok a koreai KAIST (Korea Advanced Institute of Science and Technology) intézetben készültek Philips CM-20 típusú elektronmikroszkóppal. Az alkalmazott gyorsító feszültség 200 kV volt, a felvételek síkfilmen kerültek rögzítésre. Megfigyelhető, hogy 300 fárasztó ciklus hatására a szemcséken belül nagyszámú kisszögű határ alakult ki, ami magas diszlokáció-sűrűségre utal. E határok véletlenszerű eloszlása azt mutatja, hogy még nem alakult ki cellaszerkezet. Ezek a diszperz eloszlású diszlokációk csak kismértékben akadályozzák a mágnesezési folyamat során elmozduló doménfalakat, ami magyarázza a 300 ciklushoz tartozó kis koercitív tér értékét. Az 500 ciklust elszenvedett mintán már jól látszik a diszlokációk sorokba rendeződése, és a viszonylag finom szubszemcse szerkezet felépülése. E diszlokáció sorok nagymértékben képesek akadályozni a doménfalak mozgását s így a koercitív tér növekedését eredményezik. A 2000 ciklust követően a szubszemcseméret megnövekedett, aminek révén a doménfalak szemcséken belüli mozgása könnyebbé vált, ami a H<sub>c</sub> csökkenésében is megmutatkozik.

A hőfárasztott minták vizsgálatának harmadik mérési sorozatában (vizsgált acél: 15Mo3) a hőfárasztást követően a próbatestek középső részéből 3 mm élhosszúságú kocka alakú mintákat munkáltattam ki a mágneses anizotrópia vizsgálatokhoz (5.7 ábra). A minták kivágása szikraforgácsolással történt a járulékos képlékeny alakváltozás és az ebből eredő diszlokáció többlet elkerülése miatt.



**5.7 ábra** A hőfárasztott próbatest és az anizotrópia vizsgálatához. A próbatest középső részéből kimunkált kocka alakú minta, a vizsgálatok irányait jelölő nyilakkal.

A kocka alakú minták M(H) mágnesezési görbéinek mérése a dolgozat 3.2 pontjában ismertetett rezgőmintás magnetométerrel történt. A méréseket a hőfárasztó próbatest hosszés arra merőleges, azaz keresztirányban végeztem. A mintákat minden mérés előtt, azonos módon, csökkenő amplitúdójú periodikus térben lemágneseztem. A mérések során a legnagyobb alkalmazott gerjesztő mágneses tér 4500 A/cm volt, ami – a nagy lemágnesezési tényezőjű minták esetén, az alkalmazott nyílt mágneskörös elrendezésben is – elegendőnek bizonyult a szerkezeti acél minták telítésig mágnesezéséhez.

Hosszirányú mágnesezés esetén, a ciklusszámtól függetlenül, közel azonos mágnesezési görbéket mértem. Keresztirányú mágnesezés esetén azonban (5.8 ábra) jól látható módon változás tapasztalható, a hőfárasztó ciklusok számának növekedése csökkentette az M(H) görbék meredekségét. Vagyis, keresztirányú mérés esetén a kezdeti permeabilitás jelentősen csökkent a ciklusszám növekedésével. Az M(H) görbék alakjának megváltozása indukált mágneses anizotrópia létrejöttét mutatja. Megállapítottam, hogy az eredetileg

mágnesesen izotrópnak tekinthető szerkezeti acélban a hőfárasztó igénybevétel olyan szerkezeti változásokat okozott, ami mágneses anizotrópiát indukált, aminek értéke a fárasztó ciklusok számával növekedett [S60], [S22], [S8].



**5.8 ábra** A hőfárasztó próbatestből kimunkált kocka alakú minták keresztirányú mágnesezése során kapott mágnesezési görbék.

A **negyedik hőfárasztott kísérletsorozat** (vizsgált acéltípusok: 12H1MF, 13CrMo44, 10CrMo910) célja, hogy a korábbi kutatási projektet folytassam és kiterjesszem a hőfáradási folyamat kezdetén lévő, kismértékben károsodott erőművi melegszilárd acél minták vizsgálatára. Az alkalmazott hőfárasztó igénybevétellel a mintákban szándékosan csak kismértékű, a hagyományos vizsgálati módszerekkel nehezen vagy egyáltalán ki nem mutatható szerkezeti változásokat hoztam létre. Az így előkészített mintasorozatok jól jellemzik az erőművek főgőzvezetékeibe beépített acél anyagok állapotát a szokásos üzemeltetési időtartományban.

A kutatás e részében három, az erőművek gőzvezetékeinek gyártásához gyakran használt acéltípusból készítetem elő mintasorozatokat. A vizsgált acéltípusok: 12H1MF, 13CrMo44 és 10CrMo910 voltak.



5.9 ábra Az alkalmazott Glebble hőfárasztó próbatest geometriája.

Az erőművi főgőzvezeték csövek egyenes, közel eredeti állapotú szakaszaiból vágtam ki a vizsgálatokhoz szükséges mintákat, amelyekből az 5.9 ábrának megfelelő menetes befogó résszel ellátott hengeres próbatesteket (Ø10) munkáltattam ki. A próbatesteken kisciklusú hőfárasztó vizsgálatokat végeztem a Dunaújvárosi Főiskola laboratóriumában, Gleeble 3800 típusú termomechanikai szimulátorral (5.10 ábra).



5.10 ábra Gleeble 3800 típusú termomechanikai szimulátor.

Mintasorozatonként 4-4 mintát fárasztottam, s így az eredeti állapotú darabokkal együtt 15 próbatestet készítettem elő. A termomechanikai szimulátorban végzett vizsgálatok kezdetén a vizsgálat középhőmérsékletére, azaz 375°C-ra hevített mintákat állandó 200 MPa nyomófeszültséggel terheltem 10 s ideig. Ezt követően a merev megfogást aktiváltam és megkezdtem a termo-mechanikus fárasztást. A hőfárasztás során a mereven befogott minták hőmérsékletét 200°C-550°C között periodikusan változtattam úgy, hogy a felső, illetve az alsó hőmérsékleten 3-3 s-ig tartottam azokat. A felfűtési sebesség 20°C/s volt, a lehűlés a berendezésben szabadon történt. Így egy termikus ciklus ideje mintegy 46-47 s-re adódott. A fárasztó ciklusok száma minden mintasorozat esetén 0, 250, 500, 750, 1000 volt.

Várakozásomnak megfelelően a mintákon végzett metallográfiai vizsgálatok során készített hossz- és keresztirányú metallográfiai csiszolatok nem mutattak számottevő szövetszerkezeti változást (5.11 ábra), illetve az elvégzett keménységmérések eredményei (5.12 ábra) is csak a mechanikai tulajdonságok csekély változására utalnak.



a, Eredeti állapot.

b, 1000 fárasztó ciklus után.

5.11 ábra A hőfárasztott minták optikai mikroszkópos szövetképe.



5.12 ábra A Vickers-keménység változása a hőfárasztó igénybevétel hatására.

A vizsgálatok célja az volt, hogy a hőfárasztás hatására bekövetkező csekély mértékű szerkezeti változásokat nyomon kövessem egy megfelelően nagy érzékenységű mágneses mérés segítségével. A mérésekhez az ún. nemlineáris felharmonikusok mérési módszerét (NLHA) alkalmaztam [42], [43]. E vizsgálati eljárás azon alapszik, hogy rugalmas feszültség, illetve a szövetszerkezeti változások befolyásolják a vizsgált ferromágneses ötvözet mágneses hiszterézis görbéjét, azaz a gerjesztő-, a detektor tekercs és a vizsgált minta által alkotott nemlineáris négypólus átviteli karakterisztikáját (5.13 ábra). Ezért a detektor tekercsben indukálódó, torzított feszültségjelben megjelennek gerjesztő а jel felharmonikusai, amelyek információt hordoznak a vizsgált minta szövet- és diszlokációs szerkezetére vonatkozóan. Ismert, hogy a nemlineáris rendszer torzításának megfelelően, a válaszjel Fourier-traszformációjával vonalas amplitúdó spektrumot kapunk (5.14 ábra), ami természetesen tartalmaz egy, a gerjesztőjel frekvenciájának ( $f_0$ ) megfelelő komponenst továbbá csökkenő amplitúdóval, tartalmazza annak páratlan felharmonikusait ( $3f_0$ ,  $5f_0$ ,  $7f_0$ ...).

Az anyag hiszterézis görbéje teljes mértékben meghatározható, azaz rekonstruálható a gerjesztő jelből és a válaszjel felharmonikusaiból. Ha hagyományos módon, a válaszjel idő szerinti integrálját a gerjesztés függvényében ábrázoljuk akkor a megszokott hiszterézis hurokhoz jutunk. Azonban, a hiszterézis görbe és a belőle származtatható klasszikus jellemzők, mint a koercitív tér, remanens indukció stb. számos esetben viszonylag kis mértékben változnak a mért minta szerkezeti változásainak (szövet, illetve diszlokációs szerkezet) hatására, azaz e jellemzők kis érzékenységgel képesek azokat detektálni. Ennek oka, hogy a válaszjel spektrumának legnagyobb amplitúdójú, f<sub>0</sub> frekvenciájú komponense relatíve nagy amplitúdójú és mintegy "elnyomja" a nagyobb frekvenciájú komponensek változásának hatását. Az NLHA eljárás során ezért igyekszünk a detektálandó szerkezeti változások hatására legnagyobb mértékben változó, azaz legnagyobb érzékenységű komponenst kiválasztani és annak amplitúdóját és/vagy fázisszögét felhasználni szerkezetérzékeny jellemzőként.



**5.13 ábra** Vázlat a hiszterézissel rendelkező, nemlineáris rendszer torzításának bemutatásához [44].

Korábbi kísérleti eredményeim bizonyították, hogy a roncsolásmentesen végezhető nemlineáris harmonikus analízis módszer sok esetben rendkívül hasznos kiegészítője lehet a "hagyományos" mágneses méréseknek [S30], [S42]. Tapasztalatom szerint és az irodalmi adatok alapján e vizsgálati technika számos esetben módot ad a hagyományos, hiszterézis görbéből származtatható mágneses jellemzőknél nagyobb érzékenységű szerkezetérzékeny jellemzők mérésére [42], [43], [S42], [S72]. Korábbi munkáim tapasztalata szerint egyes fémtani változások jellemzésére a 3. [S30] illetve az 5. felharmonikus amplitúdója reagál a legnagyobb mértékben [S46], [S75], [S76], [S72]. A jelen hőfárasztott mintasorozat esetén azonban a korábbiakban során sikeresen alkalmazott NLHA eljárás érzékenysége nem bizonyult megfelelőnek a mintasorozat degradációjának detektálásához.

Ezért egy új, az előzőekben alkalmazottnál nagyobb érzékenységű mágneses vizsgálati eljárást dolgoztam ki, ami a nemlineáris harmonikusok módszerén alapszik, annak továbbfejlesztése. E vizsgálati módszert adaptív nemlineáris felharmonikusok módszerének (ANLH) neveztem el. A vizsgálat során, a mérés első lépéseként meghatározom, az adott minta esetén, a szerkezeti változások legnagyobb érzékenységű kimutatásához szükséges gerjesztő mágneses tér nagyságát, az ún. ideális gerjesztési szintet.



**5.14 ábra** Ferromágneses anyag mérése során mért, szinuszos gerjesztésre adott torzított válaszjel (a Barkhausen-ugrásokkal) és a válaszjel amplitúdó spektruma (saját mérés).

A mérésekhez szinuszosan változó gerjesztő mágneses teret alkalmaztam, aminek amplitúdóját a vezérlőszoftver zérustól 100 egyenlő lépésben növelte mintegy 400 A/cm értékig, a mért adatokat pedig adattömbbe rendezte. A mérés vezérlését és a jelek feldolgozását egy saját fejlesztésű szoftver végezte, ami a mágneses tulajdonságok (B<sub>r</sub>-remanens indukció, H<sub>c</sub>-koercitív térerősség, µ- relatív permeabilitás) mérésén túl felvette a minta adott gerjesztési szinthez tartozó hiszterézis görbéjét, normál mágnesezési görbéjét, valamint az Fourier-transzformációval meghatározott felharmonikusok (3., 5., 7., 9.) amplitúdóját és az (alapharmonikushoz viszonyított) relatív fázisszögét.

dc\_839\_14



**5.15 ábra** A páratlan felharmonikusok fázisszögeinek változása a hőfárasztó ciklusok számának növekedésének hatására a 10CrMo910 acél esetén.



**5.16 ábra** Az 5. és a 7. felharmonikus relatív fázisszögeinek változása a hőfárasztó ciklusok számának függvényében a három vizsgált acéltípus esetén.

Megállapítottam, hogy a hőfáradás által okozott szerkezeti változások elsősorban az 5. és a 7. felharmonikus relatív fázisszögét befolyásolják 5.15 ábra). E két mennyiség különösen nagy érzékenységű, szerkezetérzékeny jellemzőként viselkedik mindhárom vizsgált acéltípus esetén (5.16 ábra).

**5.2.1 fejezet összefoglalása** (A hőfárasztási folyamatok vizsgálataiból levonható következetések.)

15Mo3 típusú gyengén ötvözött, ferrit-perlites melegszilárd acélon végzett hőfárasztó vizsgálat (merev befogás, hőmérséklettartomány: 20-550 °C) eredményei alapján az alábbi megállapításokat tettem.

A hőfárasztási folyamat során a ciklusszám növekedésével három eltérő fémtani hátterű szakasz különíthető el. Az első, mintegy 300 ciklusban a koercitív tér csökkenése és a Barkhausen-zaj RMS értékének növekedése figyelhető meg, azaz ciklikus lágyulás következik be. Ezt követően, hozzávetőlegesen 300 és 1200 ciklus között a H<sub>c</sub> növekszik, amit a diszlokációk számának növekedésével, illetve ezek sorokba rendeződésével hoztam kapcsolatba. A ciklusszám további növekedésének hatására már létrejönnek a mikro-, illetve 1200 ciklusszám felett már a felületen is látható makroszkopikus repedések. Ez feszültség relaxációval jár és így növeli a Barkhausen-zaj RMS értékét és egyidejűleg a koercitív tér csökkenését okozza [S24], [S64], [S44].

Igazoltam, hogy az MH-modell  $\alpha_1$  jelű illesztő paramétere alkalmas a hőfárasztó igénybevétel által okozott szerkezeti változások jellemzésére [S81], [S45], [S19]. Az  $\alpha_1$  jelű paraméter meghatározása nem teszi szükségessé a mért minta mágnes telítését azaz, relatíve kis gerjesztéssel végzett mérések eredményeiből a leromlási folyamat követésére alkalmas szerkezetérzékeny jellemző származtatható. Alkalmazása elsősorban az ipari körülmények között a mérendő minta felületére helyezett mérőfejjel végzett mérések során előnyös.

Megállapítottam, hogy az eredetileg mágnesesen izotrópnak tekinthető 15Mo3 típusú melegszilárd acélban a hőfárasztó igénybevétel olyan szerkezeti változásokat okoz, ami mágneses anizotrópiát indukál, aminek értéke a fárasztó ciklusok számának növekedése hatására növekszik [S60], [S22], [S8].

Kidolgoztam az adaptív nemlineáris felharmonikusok mérési eljárást (ANLH) és alkalmaztam hőfárasztó igénybevételnek (merev befogás, hőmérséklettartomány: 200-550 °C) kitett 10CrMo910, 12H1MF, 15H1MF melegszilárd acél mintákra. Igazoltam, hogy az ANLH eljárás lehetőséget ad a szerkezeti változások nagy érzékenységű detektálására. Megállapítottam továbbá, hogy a hőfárasztás által okozott szerkezeti változások hatására az 5. és 7. felharmonikusok relatív fázisszögei monoton növekednek. A degradáció mértékének jellemzésére elsősorban az 5. felharmonikus relatív fázisszögét találtam alkalmasnak. A mérés során kiválasztott ideális gerjesztési szint alkalmazásával (1000 fárasztó ciklus hatására) az 5. felharmonikus relatív fázisszögei rendre 77%, 65%, 47%-ot növekedtek a 10CrMo910, 15H1MF, 12H1MF típusú melegszilárd acélok esetén [S2]. Megítélésem szerint a kapott eredménynek jól hasznosíthatóak a növelt hőmérsékleten üzemelő melegszilárd acélok tönkremeneteli folyamatainak vizsgálata során.

### 5.2.2 Kúszási igénybevétel által okozott leromlási folyamat

A kúszási igénybevétel által okozott leromlási folyamatot két mintasorozat vizsgálatával tanulmányoztam.

Az első kúszatott mintasorozat esetén vizsgálataimat az 5.2.1 pontban részletezett módon előkészített 15Mo3 típusú melegszilárd acélon végeztem.

A laboratóriumi kúszásvizsgálat elvégzéséhez 3 zónás fűtőtekerccsel ellátott ±1 C° beállítási pontosságú függőleges kemencéket használtam. A minták állandó terhelését a berendezésbe épített karos mechanizmuson keresztül súlyterhelés adta. A kúszásvizsgálat megszakítás nélkül zajlott, a hosszváltozás vizsgálat közben 0,01 mm mérési pontosságú indikátor órákról volt leolvasható. A vizsgált próbatestek mérőszakasza 50 mm hosszúságú és 5 mm átmérőjű volt (5.17 ábra).



5.17 ábra A kúszás vizsgáló próbatest geometriája.

A kúszási hőmérsékletet a Magyarországon működő hőerőművek csővezetékekben áramló gőz szokásos hőmérsékletének megfelelően 550°C, a terhelőfeszültség pedig 65 MPa volt. E beállítások mellett a próbatest a rendelkezésre álló vizsgálati időn belül mérhető alakváltozást szenvedett. A mintasorozat kúszási ideje 125, 290, 481, 671, 868 és 1161 óra volt, ezzel modellezve a leromlási folyamat előrehaladását. A vizsgálat hőmérsékletén az alkalmazott terhelő feszültség nagysága a vizsgálat anyag 10.000 órás időszilárdságával megegyező, ezért feltételezhetjük, hogy vizsgálati minták alakváltozási mechanizmusa jól modellezi az üzemelés hatására bekövetkező valóságos tönkremeneteli folyamatot.



5.18 ábra A Barkhausen-zaj és a koercitív tér változása kúszási igénybevétel hatására.

dc\_839\_14

A kúszási folyamat első mintegy 550-600 órája során a minták koercitív tere monoton csökkent, illetve a Barkhausen-zaj ennek megfelelően monoton módon növekedett (5.18 ábra). A koercitív tér csökkenése jelentős, a kiindulási állapothoz viszonyítva közel 49% mértékű. Ezt a jelentős mágneses lágyulási jelenséget a diszlokációs szerkezet változásával magyaráztam. A kúszási folyamat során ugyanis a diszlokációk a szemcsék belsejéből a szemcsehatár felé mozognak, aminek révén, a szemcsén belüli mágneses doménfal mozgás könnyebbé válik [S44], [S64], [S8] ami egyidejűleg a koercitív tér csökkenését és a Barkhausen-zaj növekedését okozza.



a, Kiindulási állapot.



b, 481 óra.



c, 868 óra.

5.19 ábra A kúszatott mintákról készült TEM felvételek [32].

A kúszatott 15Mo3 típusú acél mintákon végzett transzmissziós elektronmikroszkópos felvételek eredményeit mutatja a 5.19 ábra [32]. A TEM vizsgálatok a koreai KAIST (Korea Advanced Institute of Science and Technology) intézetben készültek Philips CM-20 típusú elektronmikroszkóppal. Az alkalmazott gyorsítófeszültség 200 kV volt, a felvételek síkfilmen kerültek rögzítésre. A szubszemcse-határok kialakulása a kúszási folyamat során kezdődik meg, 481 óra kúszás után már jól láthatóak. A kúszás előrehaladása során a szubszemcsék belsejéből a diszlokációk a szemcsehatárokra vándorolnak és megfigyelhető a szubszemcsék méretének növekedése. Így, a szemcsén belüli diszlokációsűrűség és a szubszemcse határok számossága csökken, ami a doménfalak mozgékonyságának növekedését és így a koercitív tér csökkenését eredményezi.

E mintasorozat esetén a kúszási folyamat későbbi, azaz 600 - 1161 óra közötti tartományában a koercitív tér kismértékű növekedése volt megfigyelhető.

A második kúszatott mintasorozat esetén méréseimet 1Cr-0,5Mo-0,25V (ASTM A193-B16) típusú acélon végeztem. Ezt a ferrites, hőálló acéltípust gyakran alkalmazzák erőművi alkalmazásokban csővezetékek, illetve nyomástartó edények alapanyagául. A kúszatott mintasorozat a Universal Network for Magnetic Nondestructive Evaluation (UNMNDE) elnevezésű nemzetközi szakmai szervezet körvizsgálatához kapcsolódott. A kúszatott mintasorozat (5.20 ábra) elkészítése az Iwate Egyetemem a Non Destructive Evaluation and Science Research Center-ben történt (Morioka, Japán).



5.20 ábra A kúszatott mintákból kimunkált próbatestek.

A kúszó vizsgálat végrehajtása 650 °C hőmérsékleten, 25 MPa terhelőfeszültséggel történt. A mintasorozat előállítása során célkitűzés volt egy közel "egyenletes lépésekben károsodott" mintasorozat előállítása. A minták leromlásának jellemzésére bevezetett "relatív elhasználódottság" elnevezésű mérőszámot  $(t/t_r)$  azok kúszatási idejéből (t) határoztuk meg, a töréshez vezető kúszási időt  $(t_r)$  100%-nak tekintve [88]. A kúszatott próbatestek esetén a  $t/t_r$  értéke 0, 4,1%, 6,7%, 23,3%, 29,4%, 35,3%, 83,4% volt. A kúszási vizsgálatot követően, a próbatestekből kimunkált 2,1\*2,1\*14 mm méretű hasáb alakú mintákon az 3.1 fejezetben ismertetett SMT elrendezésű AC magnetométerrel végeztem méréseket, aminek során – egyebek mellett – minden mintán 100 db szimmetrikus belső hiszterézis görbe csúcspontjai által meghatározott, normál mágnesezési görbét vettem fel (5.21 ábra).

A gerjesztő tér legnagyobb értéke 25 A/cm volt, ami a minták telítéséhez szükséges mágneses térnek – mintától függően – csak mintegy 16-25 %-a, azaz e mérések során a normál mágnesezési görbe viszonylag kis gerjesztő térhez tartozó, kezdeti szakaszát vettem fel (5.22 ábra). Ez a mérési körülmény jól megfelel az ipari körülmények között végzett mérések feltételeinek, illetve jól modellezi azokat. A nagy vastagságú (>5 mm) acél szerkezeti elemek felületi rétegében ugyanis egy mágnesező jármot tartalmazó hordozható mérőfej – konstrukciós okokból – legfeljebb 20-25 A/cm mágneses teret képes létrehozni.



a, A mért legnagyobb hiszterézis görbék.

**5.21 ábra** A hőfárasztott minták mágnesezési görbéi a t/t<sub>r</sub> "relatív elhasználódottság" paraméter feltüntetésével.

Megállapítottam, hogy a minták koercitív tere a kúszási igénybevétel során monoton csökken [S15], [S9], azaz mágneses lágyulás figyelhető, meg ami összhangban van korábbi, 15Mo3 típusú acélon kapott eredményeimmel [S44], [S64].

A kúszatott minták normál mágnesezési görbéjének méréssel meghatározott 100 pontjára Levenberg-Marquardt iterációs eljárással [87] illesztettem a két irreverzibilis fázisra felírt MHmodell szerinti "elméleti" normál mágnesezési görbét (9). Minden vizsgált minta esetén kiváló illeszkedést (R<sup>2</sup> > 0,985) kaptam.

b, A mért normál mágnesezési görbék.

dc\_839\_14



**5.22 ábra** Egy kúszatott minta normál mágnesezési görbéjének mért pontjai és az MHmodell alapján illesztett görbe.

Az MH-modell alapján új szerkezetérzékeny mágneses jellemzőt (Θ) vezettem be a kúszási igénybevétel által okozott szerkezeti változások jellemzésére. A Θ értékét az MH-modell szerinti hiszterézis görbe felmenő szárának egyenletéből (8) számoltam, azzal a feltétellel, hogy M<sub>+</sub>(H)=0, ami a modell szerinti koercitív teret adja.

$$\Theta = \frac{N_1 \alpha_1 + \pi N_2 \alpha_2}{N_1 + \pi N_2} \tag{11}$$

A kúszatott minták koercitív terét DC koerciméteres mérésekkel is meghatároztam. E mérések során a gerjesztő tér 1000 A/cm volt, ami a mintákat telítésig mágnesezte, azaz e méréssel a telítési hiszterézis hurokból származtatott koercitív tér (H<sub>c</sub>) értéket határoztam meg.

Megállapítottam, hogy a kis gerjesztő teres (AC) mágneses mérések adataiból az MHmodellel származtatott  $\Theta$  mennyiség értéke szoros lineáris kapcsolatban van a nagyteres (DC) mérések során a telítési hiszterézis hurokból meghatározott H<sub>c</sub> értékeivel [S9] (5.23 ábra).

Megállapítottam továbbá, hogy a O értéke a kúszási folyamat előrehaladása során két lépésben csökken (5.24 ábra) ami lehetőséget ad a kúszási folyamat három ismert (primer, szekunder, tercier kúszás) szakaszának elkülönítésére [S15]. E megfigyelés összhangban van az lwate Egyetem kutatóinak eredményeivel is [89]. A folyamatos mágneses lágyulást a diszlokációs szerkezet változásával és a szemcsehatármenti karbidok létrejöttével magyaráztam. A kúszási igénybevétel során ugyanis megfigyelhető, hogy a diszlokációk a ferrit szemcsék belsejéből a szemcsehatárok felé mozognak, aminek következtében a szubszemcsék mérete nagymértékben növekszik, és a ferrit szemcsék belsejében csökken a

diszlokáció-sűrűség. Továbbá, a karbon atomok diffúziója miatt a szemcsék határain karbid kiválások jönnek létre, méretük a kúszás folyamata során növekszik. Mindkét hatás könnyebbé teszi a mágneses doménfalak szemcséken belüli mozgását s így csökkenve a koercitív teret [90], [91].



**5.23 ábra** Az MH-modellből számolt O értékek és a kísérletileg meghatározott koercitív tér értékek korrelációja a kúszatott mintasorozat esetén.



**5.24 ábra** A bevezetett szerkezetérzékeny jellemző (Θ) változása a kúszási folyamat előrehaladása során.

A vizsgált minták transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatai az lwate Egyetemen készültek Japánban. A TEM felvételek (5.25 ábra) jól mutatják a diszlokációs szerkezet változását és igazolják a szubszemcsék méretének kúszási folyamat során történő növekedését [90].



**5.25 ábra** A kúszatott minták TEM felvételei, t/tr = 0, 0.21, 0.54, és 0.84. Iwate Egyetem Japán, [90].

**5.2.2 fejezet összefoglalása** (A kúszási folyamatok vizsgálataiból levonható következtetések.)

15Mo3 típusú acél 550 °C hőmérsékleten, 65 MPa terhelőfeszültséggel továbbá 1Cr-0,5Mo-0,25V (ASTM A193-B16) típusú acélon 650 °C hőmérsékleten, 25 MPa terhelőfeszültséggel végzett kúszatási kísérleteim során az alábbi megállapításokat tettem.

A kúszási igénybevétel a 15Mo3 típusú minták esetén a folyamat első 600 órája során, az 1Cr-0,5Mo-0,25V acél esetén a teljes kúszási idő alatt a minták koercitív terének csökkenését okozza, azaz mágneses lágyulási jelenség jön létre, amit a diszlokációs szerkezet változásával magyaráztam. A kúszási folyamat során ugyanis a diszlokációk a szemcsék belsejéből a szemcsehatár felé mozognak, aminek révén, a szemcsén belüli mágneses doménfal mozgás könnyebbé válik [S44], [S64], [S8], [S15], [S9].

Bevezettem egy új szerkezetérzékeny mágneses jellemzőt ( $\Theta$ ) a kúszási folyamat által okozott leromlás jellemzésére, aminek meghatározása kisteres mágneses mérések eredményei alapján az MH-modell alkalmazásával történik. Igazoltam, hogy a  $\Theta$  értéke szoros lineáris korrelációt mutat a telítési mágnesezési görbéből meghatározható H<sub>c</sub> értékével.

Mivel a Θ értékének meghatározása nem igényli a vizsgált minta telítésig való mágnesezését ezért mérése mágnesező jármot tartalmazó hordozható mérőfejjel elvégezhető. Ezzel olyan roncsolásmentesen végezhető mérési és kiértékelési eljárás alapját fejlesztettem ki, ami alkalmas, – akár ipari körülmények közötti – mérések végzésére a melegszilárd acélok kúszási károsodásának nyomon követésére, illetve azok maradék élettartam becslésének pontosabbá tételére.

## 6. FÁZISÁTALAKULÁSI FOLYAMATOKHOZ KAPCSOLÓDÓ VIZSGÁLATOK

E fejezetben TRIP acélban, ausztenites, szuperduplex, illetve lean-duplex korrózióálló acélokban képlékeny alakítás, illetve hőkezelés hatására végbemenő fázisátalakulási folyamatok főként mágneses mérésekkel történő nyomon követéséhez kapcsolódó eredményeimet mutatom be. A 6.1 táblázatban összefoglaltam a vizsgált acél típusokat és fázisátalakulási folyamatokat.

| Vizsgált ötvözet                 | Típusa    | Kezelés   | Fázisátalakulás   |
|----------------------------------|-----------|---|---|
| TRIP acél                        | TRIP 700  | Képlékeny<br>hidegalakítás:<br>megnyújtás               | Alakítási martenzit keletkezése<br>γ→martenzit              |
| Ausztenites<br>korrózióálló acél | AISI 304  | Képlékeny<br>hidegalakítás:<br>megnyújtás,<br>hengerlés | Alakítási martenzit keletkezése<br>γ→α'                     |
|                                  |           | Hideghengerlés<br>+ hőkezelés                           | Alakítási martenzit visszaalakulása<br>ausztenitté,<br>α'→γ |
| Szuperduplex                     | SDSS 2507 | Hőkezelés   | Ferrit termikus bomlási folyamata                           |
| korrózióálló acél                |           | Hideghengerlés<br>+ hőkezelés                           | δ→γ'+σ  |
| Lean-duplex<br>korrózióálló acél | V 2101MN  | Képlékeny<br>hidegalakítás:<br>hengerlés                | Alakítási martenzit keletkezése<br>γ→α'                     |

| 6.1. táblázat  | A vizsgált acélok és fázisátalakulásaik |
|----------------|---|
| v. i. tusiuzut |   |

### 6.1 TRIP-acélok legfontosabb jellemzőiek áttekintése

E fejezetben rövid áttekintést adok a TRIP acélok jellemző szövetszerkezetéről és tulajdonságaikról, különös tekintettel a bennük képlékeny alakítás hatására végbemenő fázisátalakulásra.

A szerkezeti acélok technológiájának alapvető, régi problémája a nagy szilárdság és szívósság egyidejű biztosítása. E két alapvető mechanikai jellemző egymással ellentétes igényeket támaszt a szövetszerkezettel szemben. A nagy szilárdságú acélok fejlesztése a mikroötvözött acélok megjelenésével indult, majd a többes fázisú acélok közül főként a DP-(Dual Phase) és TRIP- (Transformation Induced Plasticity) acélok jelentek meg [92].

A TRIP-acélok három szövetelemet tartalmaznak, ezek a ferrit, a bénit és az ausztenit. A szövetelemek aránya eltérő lehet, azonban a leggyakoribb eset az 50 tf% ferrit, 35 tf% bénit és 15 tf% metastabilis maradék ausztenit [99]. A TRIP acéloknál a jó alakíthatóságot a ferrit és részben a bénit biztosítja. A nagy szilárdságot és kiemelkedően jó alakíthatóságot a szövetben visszamaradó maradék ausztenitnek hidegalakítás hatására fokozatosan történő martenzitté történő átalakulásával magyarázhatjuk. Az acél hidegalakítása során ugyanis az ausztenit jelentős hányada képes átalakulni martenzitté. Ez az alakítás indukálta

fázisátalakulás okozza a keménység, illetve a szilárdság növekedését, ami lehetővé teszi az akár 30%-os képlékeny alakváltozó képesség mellett a 980 MPa szakítószilárdság elérését [100]. Ennek számos alkalmazásban lehet jelentősége például olyan járműalkatrészek esetében, amelyeket hidegalakítással készítenek, ugyanakkor jelentős teherbírásúak kell, legyenek. További alkalmazás a gépjárművek nagy energia elnyelő képességű alkatrészeinek gyártása, amelyek feladata, hogy ütközés esetén nagy alakváltozás mellett jelentős energiát nyeljenek el.

A TRIP acéloknak ezt a viszonylag újszerű szövetszerkezetét megfelelő termo-mechanikus eljárással lehet biztosítani [93]. A TRIP-acél kezdeti szövetszerkezete megfelelő arányú ferritből és ausztenitből áll. Ezt az állapotot a vas-karbon állapotábrában szokásosan A<sub>1</sub> és A<sub>3</sub> jelölésű hőmérséklet értékek közötti meghatározott idejű hőntartással – az úgynevezett interkritikus hőkezeléssel – lehet megvalósítani. Ezt követően olyan hűtési sebességgel kell az acélt a bénites mező tartományára (350-500 °C) lehűteni, hogy a perlites átalakulás tartományát el lehessen kerülni. Ez a hűtési sebesség 15-32 °C/s lehet az acél összetételétől függően. Majd a bénites tartományban 3-10 percig állandó hőmérsékletre való hűtés követ. Az interkritikus hőkezeléskor keletkező szövet két fázisának aránya részben a hőmérséklettől, részben az azt megelőző szövetszerkezettől, továbbá a hőkezelés idejétől függ [92], [93], [97], [98].

A TRIP-acélok összetétele változatos lehet. A legfontosabb ötvöző elemük a szilícium, ami a karbidképződést jelentős mértékben fékező hatása következtében az ausztenitet stabilizálja. A mangán a vassal szilárd oldatot képezve, növeli annak szilárdságát a nyúlás csökkentése nélkül, ugyanakkor az ausztenitet stabilizálja, így a nagyobb térfogathányadú ausztenitből több bénit is képződhet. A foszfor a karbidképződési hajlamot csökkenti [92], [93], [97].

A TRIP acélokban képlékeny alakítás hatására a metastabilis [21] maradék ausztenit martenzitté alakul. Az ausztenit-martenzit fázisátalakulás térfogat növekedéssel jár, a létrejövő matrenzit fázis képlékenyen alakítja a környezetében lévő ferrit fázist s annak további alakítási keményedését okozza [106]. A maradék ausztenit fázis karbon tartalmának és szemcseméretének rendkívül lényeges szerepe van a TRIP tulajdonságok szempontjából. Ugyanis e két tényező ugyanis alapvetően befolyásolja az ausztenit stabilitását. Az ausztenit para-, a martenzit fázis pedig ferromágneses tulajdonságú, így az alakítás indukált martenzit fázis létrejöttét para-ferromágneses átalakulás is kíséri.

### 6.1.2 TRIP acélon végzett vizsgálatok

E fejezetben TRIP 700 típusú acélban képlékeny hidegalakítás hatására bekövetkező martenzites fázisátalakulást vizsgáltam. [S18], [S55], [S6]

Munkám során egy 18 mintából álló, képlékenyen alakított próbatest sorozatot állítottam elő ún. TRIP 700 típusú Thyssen-Krupp gyártmányú 1,18 mm kiindulási vastagságú, 150\*20 mm kiinduló méretű lemezanyagból. A vizsgát acél kémiai összetételét a 6.2 táblázat tartalmazza. A szállítási állapotú mintán végzett optikai mikroszkópos metallográfiai vizsgálataim alapján 48,6% ferrit és 15,2% ausztenit fázis volt mérhető, martenzit jelenléte nem volt kimutatható.

| С    | Mn   | Si   | AI   | Ρ     | S     | Fe   |
|------|------|------|------|-------|-------|------|
| 0.28 | 1.41 | 0.28 | 1.04 | 0.016 | 0.001 | Rest |

6.2 táblázat A vizsgált TRIP acél nominális kémiai összetétele.

A hengerlési iránynak megfelelően kivágott mintákat szakítógépben megnyújtva az alábbi alakítottságú ( $\Delta L/L_0$ ) mintákat készítettem elő: 0; 1,7; 3,3; 5,0; 6,7; 8,3; 10,0; 11,7; 13,3; 15,0; 16,7; 18,3; 20,0; 21,7; 23,3; 25,0; 26,7; 28,3 %.

A minták Vickers-keménységét (HV10) KB 250 BNRZ (KB Prüftechnik) típusú keménységmérővel mértem. A keménység értéke monoton módon növekedett a kezdeti 223 értékről a legnagyobb alakításhoz tartozó 331 értékig (6.1 ábra).



**6.1 ábra** A TRIP acél minták Vickers-keménységének képlékeny alakítás hatására történt növekedése.

A minták mágnesezési görbéit a 3.1 fejezetben ismertetett AC magnetométerrel, SMT elrendezésben vizsgáltam, 5Hz frekvenciájú szinuszosan változó gerjesztő mágneses teret alkalmazva. Mintánként 200 szimmetrikus belső hiszterézis hurkot mértem hurkonként 500 mérési pont adattömbben történő rögzítésével. A relatíve alacsony vizsgálati frekvencia miatt a mérés kvázi-statikusnak tekinthető, az örvényáramokkal kapcsolatos jelenségek elhanyagolhatóak. A 6.2 ábrán a maximális gerjesztéshez tartozó hiszterézis hurkokat és normál mágnesezési görbéket láthatjuk.



**6.2 ábra** Az alakított TRIP acél mintákon mért legnagyobb hiszterézis hurkok és normál mágnesezési görbék.

A mérési eredmények kiértékelését az MH-modellen alapuló MBDE eljárással végeztem, három irreverzibilis mágnesezési tagot feltételezve (12). A 4.3.3 fejezetben ismertetett dekompozíciós adatkiértékelési eljárás lehetőséget adott arra, hogy a TRIP acél mintákban jelen lévő három ferromágneses tulajdonságú szövetelem (ferrit, bénit, martenzit) mágnesezési görbéit és relatív arányukat számítással meghatározzam. Vagyis a minta tömbi mágneses tulajdonságaiból a felépítő szövetelemek mágneses tulajdonságaira következtessek.

$$\frac{M(H)}{M_0} = M_{irrev1} + M_{irrev2} + M_{irrev3} + M_{rev}$$
(12)  
$$\frac{M(H)}{M_0} = M_{ferrit} + M_{bénit} + M_{martenzit} + M_{rev}$$

A 6.3 és 6.4 ábrákon a dekompozíciós eljárás egyes eredményei láthatóak. A számítások során feltételeztem, hogy a ferrit és a bénit fázisok mennyisége az alakítatlan mintában rendre 48,6%, illetve 36,2% értékű.

A 6.3 ábra a három ferromágneses szövetelem számított mennyiségét mutatja a képlékeny alakítottság mértékének függvényében. Látható, hogy – a folyamat fémtani hátterének megfelelő módon – az alakítás hatására a bénit és a ferrit mennyisége nem változik, azonban az alakítás indukált martenzit fázis mennyisége monoton növekedett, az alkalmazott legnagyobb, 28,3%-os mértékű képlékeny alakítottságig.

A 6.4 ábrán közölt eredményekből látható, hogy a bénit és az alakítás hatására létrejövő martenzit koercitív tere a képlékeny alakítás során számottevően nem változott. Az átlagos koercitív tér értéke a bénit esetén mintegy 926 A/m-re amíg a martenzit esetén 1222 A/m-re adódott. A ferrit fázis koercitív tere azonban monoton növekedést mutat, a kezdeti 223 A/m értékről az alakítás hatására mintegy 750 A/m-re emelkedett. Ezt a ferrit fázis képlékeny alakváltozásával magyaráztam, ami részben a külső terhelő feszültség másrészt az ausztenit→martenzit fázisátalakulás során bekövetkező térfogat növekedés [S34] által a ferrit szemcsékre gyakorolt nyomófeszültség eredménye.



**6.3 ábra** A TRIP acélban található három ferromágneses szövetelem relatív mennyiségének változása képlékeny alakítás hatására.
dc\_839\_14



**6.4 ábra** A TRIP acélban található három ferromágneses szövetelem koercitív terének változása képlékeny alakítás hatására.



**6.5 ábra** A 17-es sorszámú, 28,3% mértékben alakított TRIP acél mintáról készült EBSD fázistérkép. Piros: ausztenit, zöld: ferrit, sárga: martenzit.

A 18 darabból álló, képlékenyen alakított TRIP acél mintasorozaton visszaszórt elektron diffrakciós (EBSD) méréseket végeztem a fázisok azonosítása és relatív arányuk

meghatározása céljából. A vizsgálatok Philips XL30 típusú pásztázó elektronmikroszkópra szerelt TSL-EDAX típusú EBSD berendezéssel történtek. A felvett pontok száma 40.000, a lépésköz 500 nm volt. Az azonosított fázisok: fkk ausztenit, tkk ferrit, tetragonális martenzit. A 6.5 ábrán látható a legnagyobb mértékben alakított (28,3%), 17-es számú minta EBSD fázistérképe.

A martenzit fázis EBSD vizsgálattal és a MH-modellre alapuló MBDE dekompozíciós eljárással meghatározott mennyiségét tartalmazza a 6.3 táblázat. Megállapítható, hogy a két eltérő és független módszerrel meghatározott értékek jó egyezést mutatnak, azaz az alakított TRIP acél minták esetén az EBSD mérések eredményei igazolták a dekompozíciós eljárással számított martenzit fázisarány helyességét.

| Minta sorszáma | Alakítottság % | Martenzit % MBDE | Martenzit % EBSD |
|----------------|----------------|------------------|------------------|
| 0              | 0,0            | 0                | 0                |
| 1              | 1,7            | 0                | 0                |
| 2              | 3,3            | 0                | 1,8              |
| 3              | 5,0            | 2,3              | 1,9              |
| 4              | 6,7            | 2,7              | 3,1              |
| 5              | 8,3            | 3,7              | 4,4              |
| 6              | 10,0           | 3,5              | 4,7              |
| 7              | 11,7           | 3,6              | 5,3              |
| 8              | 13,3           | 3,7              | 4,8              |
| 9              | 15,0           | 4,3              | 5,1              |
| 10             | 16,7           | 2,9              | 5,4              |
| 11             | 18,3           | 4,5              | 5,5              |
| 12             | 20,0           | 4,0              | 5,2              |
| 13             | 21,7           | 6,2              | 5,1              |
| 14             | 23,3           | 5,0              | 5,2              |
| 15             | 25,0           | 6,2              | 5,7              |
| 16             | 26,7           | 6,2              | 5,6              |
| 17             | 28,3           | 6,2              | 5,7              |

6.3 táblázat A martenzit fázis EBSD vizsgálattal és MBDE dekompozíciós eljárással meghatározott mennyiségei

## 6.1.2 fejezet összefoglalása (TRIP acél vizsgálataiból levonható következetések.)

A többfázisú hiperbolikus (MH) modellre alapuló kiértékelési eljárással meghatároztam a képlékenyen alakított TRIP acél mintákban a jelen lévő három ferromágneses tulajdonságú szövetelem (ferrit, bénit, martenzit) mágnesezési görbéit és relatív térfogat arányukat, azaz a minta tömbi mágneses tulajdonságaiból a felépítő szövetelemek mágneses tulajdonságaira következtetem.

EBSD vizsgálattal megmértem a martenzit fázis mennyiségét az alakított TRIP acél mintasorozat minden tagján. Megállapítottam, hogy a martenzit fázis mennyiségére vonatkozó eredmények jó egyezést mutatnak az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárással meghatározott értékekkel. Így, az alakított TRIP acél mintákat modell anyagként használva EBSD vizsgálatok segítségével sikeresen validáltam az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárást.

Az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárás eredményei alapján megállapítottam, hogy a TRIP 700 típusú acél képlékeny hidegalakítása során az ausztenit→martenzit fázisátalakulás folyamatos. A keletkező martenzit fázis mennyisége monoton növekszik a legnagyobb alkalmazott (28,3%-os) alakítási mértékig, ahol mennyisége eléri a mintegy 6 tf% értéket. Meghatároztam az egyes szövetelemek koercitív terének képlékeny alakítás során történő változását. Megállapítottam, hogy a bénit és a martenzit koercitív tere az alakítottság növekedésével nem változik, átlagos koercitív terük rendre mintegy 926, illetve 1222 A/m értékűre adódott. Megállapítottam továbbá, hogy a ferrit fázis koercitív tere monoton növekedést mutat, s a kezdeti 223 A/m értékről az alakítás hatására mintegy 750 A/m-re emelkedik. Ezt a ferrit fázis képlékeny alakváltozásával magyaráztam, ami részben a külső terhelő feszültség, másrészt az ausztenit→martenzit fázisátalakulás során bekövetkező térfogat növekedés által a ferrit szemcsékre gyakorolt nyomófeszültség eredménye. A képlékeny alakítás hatására bekövetkező keménység növekedés oka kettős, egyrészt a ferrit fázis keménységének növekedése másrészt a martenzit fázis megjelenése, illetve mennyiségének növekedése. [S18], [S55], [S6]

Az MBDE eljárás alakított TRIP acél mintákra való alkalmazásának eredményei illusztrálják, hogy e kiértékelési eljárás segítségével számos olyan információt – a szövetelemek koercitív tere, relatív mennyiségük – kaphatunk, ami segíti a fázisátalakulási folyamat során történő szerkezeti változások nyomon követését, illetve pontosabb leírását.

## 6.2 Korrózióálló acélok típusai és néhány fázisátalakulásuk

E fejezetben rövid, terjedelmi okból, teljességre nem törekedve összefoglaltam a korrózióálló acélok a dolgozat tárgya szempontjából lényeges típusait és ezek jellemző tulajdonságait, különös tekintettel a bennük hőkezelés, valamint képlékeny alakítás hatására végbemenő fázisátalakulásokra.

A korrózióálló acélok erősen ötvözött vas alapú ötvözetek, amelyeket számos ipari, illetve háztartási alkalmazásban megtalálunk. A korrózióállóságot minden esetben az ötvözet felületén spontán kialakuló néhány tíz nanométer vastagságú komplex – jellemzően nikkel és króm tartalmú – fémoxid réteg eredményezi, ami sérülés esetén gyorsan újraépül. Ez a felületi passziváló réteg meggátolja vagy lényegesen lassítja a reagensek diffúzióját, illetve szigetelő tulajdonsága miatt gátolja a töltésátadást a környező korrodáló közeg és az ötvözet felülete között, így csökkentve a kémiai és az elektrokémiai folyamatok sebességét. A korrózióállóság azonban relatív fogalom, adott ötvözet mindig csak bizonyos típusú, meghatározott ionokat tartalmazó és PH-jú közegre vonatkozóan lehet korrózióálló tulajdonságú.

A korrózióálló acélokban számos ötvözőt alkalmaznak. A legfontosabbak a króm, nikkel, molibdén, alumínium, szilícium, kobalt, vanádium, karbon, nitrogén. Az ötvözés célja a korróziós és egyes mechanikai tulajdonságok javítása. Megkülönböztetünk ferrit- és ausztent képző ötvözőket annak megfelelően, hogy jelenlétük az ötvözet rácsában, a térben középpontos köbös vagy a felületen középpontos köbös fázis stabilitását növeli.



**6.6 ábra** Schäffler-Delong diagram néhány elterjedt korrózióálló acéltípus feltüntetésével.

Szövetszerkezetük alapján a korrózióálló acélokat öt alapvető csoportba osztjuk: ferrites, martenzites, ausztenites, duplex és kiválással keményedő acélok. Ezek jelentősen eltérő tulajdonságú ötvözetek ezért alkalmazásuk más-más területen lehet előnyös.

Az ötvözetben lévő ferrit- és ausztenitképző ötvözők aránya határozza meg a létrejövő szövetszerkezetet. A kialakuló szövetszerkezeti variánsokat az ún. Schäffler-diagram (6.6 ábra) segítségével tekinthetjük át, ami a különböző erősségű ferrit, illetve ausztenit képzők hatását eltérő súlyfaktorokkal veszi figyelembe a Cr és Ni egyenérték számításakor; Cr egyenérték = %Cr + 2%Si + 1,5%Mo + 5%V + 5,5%Al + 1,75%Nb + 1,5%Ti + 0,75%W, Ni egyenérték = %Ni + %Co + 0,5%Mn + 30%C + 0,3%Cu + 25%N

Az egyes ötvözetek korrózióállóságának jellemzésére és összehasonlítására gyakran használjuk az ún. Pitting Corrosion Resistance Number (PREN) nevű mérőszámot, ami nevének megfelelően a lyukkorrózióval szembeni ellenálló lépességet kifejező, relatív mérőszám (6.7 ábra).



 $PREN = \%Cr + 3, 3 \cdot \%Mo + 16 \cdot \%N$ 

6.7 ábra Néhány ismert korrózióálló acél PREN éréke és annak kiszámítási módja [122].

A hagyományos *ausztenites korrózióálló acéloknak* napjainkban is jelentős műszaki és gazdasági jelentősége van. Nagy szívósság, és kis szilárdság jellemzi őket. Az ausztenites acélok alapvető ötvözője a króm (16-26%) és a nikkel (8-26%), karbon tartalmuk <0,15%. A magas nikkel tartalom biztosítja az ausztenites szerkezetet. Ismert, hogy ezekben az ötvözetekben az ausztenit fázis termodinamikailag nem stabilis. Ez okozza az ausztenites korrózióálló acéloknak azt a tulajdonságát, hogy a paramágneses ötvözet gyors hűtés, képlékeny hideg alakítás vagy kisciklusú fárasztó igénybevétel [S46], [S75], [S76] hatására ferromágnesessé válik. Ennek fémtani oka az ún. alakítási- vagy  $\alpha$ '-martenzit megjelenése [94], [95], [96]. Ez a fázisátalakulás fkk  $\rightarrow$  tkk kristályszerkezeti változással jár, ami a mágneses kicserélődési energia megváltozásához és így a para  $\rightarrow$  ferromágneses átalakuláshoz vezet. Az ausztenit fázis stabilitását a nikkel tartalom növeli. Ennek megfelelően a relatíve alacsony (8%) nikkelt tartalmazó ún. 18/8 típusú ausztenites korrózióálló acélokban létrejövő martenzitnek két típusát ismerjük az  $\epsilon$ - és az  $\alpha'$ -fázist, mindkettő diffúzió nélküli, azaz martenzites fázisátalakulással keletkezik [101], [102], [103],

[104], [S34]. Az  $\varepsilon$ -fázis az ausztenit szoros illeszkedésű (111) síkjain jön léte, az  $\alpha$ '-fázis pedig az ikersíkok, illetve a rétegződési hibák metszése környezetében alakul ki [107], [108], [110]. Az utóbbit gyakran alakítási martenzitnek is nevezzük. A szoros illeszkedésű hexagonális (hcp) rácsú  $\varepsilon$ -fázis paramágneses, amíg a térben középpontos köbös (tkk)  $\alpha$ '-fázis ferromágneses tulajdonságú. A fázisátalakulás végbemehet  $\gamma \rightarrow \varepsilon$ ,  $\gamma \rightarrow \alpha'$ ,  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  kinetika szerint [109]. A  $\gamma \rightarrow \alpha'$  átalakulás térfogat növekedéssel jár, aminek következtében a létrejövő alakítási martenzit fázis jelentős – akár a folyáshatárt meghaladó – nyomófeszültséggel is terhelheti a környezetében lévő ausztenit szemcséket, ami további martenzites fázisátalakuláshoz vezethet. Az  $\varepsilon$  és az  $\alpha'$ -fázisok termodinamikailag metastabilisak, emelt hőmérsékleten mindkettő teljes mértékben visszaalakul ausztenitté. Az  $\varepsilon$ -fázis 150-400 °C, amíg a nagyobb stabilitású  $\alpha'$ -martenzit 400-800 °C hőmérsékleti tartományban transzformálódik vissza ausztenitté [111].

Az ausztenites korrózióálló acélok képlékeny alakváltozása során lezajló fémtani folyamatokat az alábbiaknak megfelelően foglalhatjuk össze [121].

- Ha az ausztenit stabilis és a rétegződési hiba energia (SFE) nagy, a képlékeny alakváltozás elsősorban a perfekt diszlokációk csúszósík mentén történő, konzervatív mozgásával megy végbe.
- Ha az ausztenit stabilitása és a rétegződési hiba energia kicsi, a konzervatív diszlokáció mozgás mellett a további folyamatok mehetnek végbe:
  - 1. Parciális diszlokációk mozgása
  - 2. Ikersíkok kialakulása
  - 3.  $\gamma \rightarrow \epsilon$  fázisátalakulás
  - 4.  $\gamma \rightarrow \alpha'$  fázisátalakulás direkt módon vagy a  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  kinetika szerint.

A rétegződési hiba energia (SFE) nagyságát Schramm és Reed szerint [112] az alábbi összefügéssel számolhatjuk:

$$SFE(mJ/m^{2})=-53 + 6.2\%Ni + 0.7\%Cr + 3.2\%Mn + 9.3\%Mo$$
 (13)

A *duplex (DSS) korrózióálló acélok* korrózióval szembeni ellenálló képessége lényegesen jobb, mint az ausztenites acéloké, különösen kloridiont tartalmazó környezetben, jellemző PREN értékük 35-40 közötti. A 40-et meghaladó PREN számú DSS acélokat *szuperduplex (SDSS)* korrózióálló acéloknak nevezzük. További előnyük, hogy folyáshatáruk és szakítószilárdságuk meghaladja mind a ferrites, mind az ausztenites acélokét.

A duplex acélok szövetszerkezete alapvetően két fázist tartalmaz; ferritet és ausztenitet. A ferrit térben középpontos köbös szerkezetű ferromágneses fázis, míg az ausztenit felületen középpontos köbös, és paramágneses tulajdonságú. Szokásos összetételük: Cr 24-28%, Ni 4-8%, C<0,1% és Mo<2,5%. Az egyéb alkalmazott ötvözők a réz, a titán és a nióbium lehetnek. A duplex korrózióálló acélokban a magas króm és molibdén tartalom számos vegyületfázis létrejöttét is eredményezheti. A legfontosabbak a hőkezelés során létrejövő ún.  $\sigma$  (szigma) és  $\chi$  (chi) fázisok, amelyek nagymértékben ronthatják az ötvözet szívósságát.

A DSS acélokban a 300-1000 °C hőmérséklettartományban számos, új fázis precipitációjával, illetve szegregációjával járó fázisátalakulás történhet (6.8 ábra) [113]. A létrejövő vegyületfázisok szempontjából két hőmérséklettartományt szokás megkülönböztetni

[114], [115]. A 300-500°C tartományban főként a nikkelben és szilíciumban gazdag G-fázis és a krómban és molibdénben dús  $\alpha$ '-fázis, amíg 600 °C felett a króm-nitridek, krómban és molibdénben gazdag  $\sigma$  és  $\chi$ -fázis továbbá szekunder ausztenit ( $\gamma_2$ ) létrejöttével kell számolni, amelyek a mechanikai tulajdonságok drámai romlását okozhatják. Ilyen például a műszaki gyakorlatban "475 °C-os elridegedés"-ként ismert jelenség.



6.8 ábra Duplex korrózióálló acélokban létrejövő vegyületfázisok [115].

Hőbevitel hatására következik be a metastabilis ferrit eutektikus bomlása szekunder ausztenitté és szigma fázissá ( $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ ). A szigma fázis tetragonális rácsú, rideg, paramágneses tulajdonságú vegyületfázis, aminek megjelenése alapvetően megváltoztatja a duplex rozsdamentes acélok mechanikai és korrózióállósági tulajdonságait. E fázisátalakulás végbemehet a hegesztési hőbevitel hatására lerontva a korrózióállósági és mechanikai tulajdonságokat. Ezért komoly gyakorlati jelentősége van azoknak – az elsősorban mágneses – vizsgálatoknak, amelyekkel e folyamat roncsolásmentesen tanulmányozható.

A lean-duplex korrózióálló acélok (LDSS) szövetszerkezete a duplex típusokhoz hasonlóan kettős, alapvetően ferrit és ausztenit fázisokat tartalmaz eltérő, de leggyakrabban 40-60% vagy 50-50% arányban. Ebben az acél típusban az ausztenitet stabilizáló nikkelt mangán és/vagy nitrogén ötvözéssel helyettesítik [116], [117], [118]. Az LDSS ötvzeteket alacsony nikkel tartalmuk miatt "soványduplex" néven is említik. A módosított összetételnek a nikkel magas ára miatt gazdasági előnye van, ezen túlmenően azonban felhasználás és technológiai szempontból nagy jelentőségű, hogy a lean-duplex acélokban még hosszú idejű hőbevitel hatására sem jönnek létre a duplex korrózióálló acélok esetén elridegedési és korrózióállósági problémákat okozó σ és χ fázisok. A hőkezelési és a hegesztési technológia szempontjából jelentős könnyebbséget jelent, hogy az LDSS acélok ferrit fázisa stabilis, hőbevitel hatására nem bomlik. Azonban az LDSS acélok ausztenitje a DSS acélokhoz képest termodinamikailag kevésbé stabilis, így az ausztenites korrózióálló acélokhoz hasonlóan képlékeny hidegalakítás vagy extrém gyors hűtés hatására martenzites fázisátalakuláson mehet át így létrehozva az ún. alakítási- vagy lath-martenzit fázist. A martenzites fázisátalakulás az LDSS acélokban is az ausztenites korrózióálló acél esetén már tárgyalt három lehetséges kinetika szerint mehet végbe, azaz:  $\gamma \rightarrow \epsilon$ ,  $\gamma \rightarrow \alpha'$ ,  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ 

[119], [120]. Kis mértékű képlékeny alakítás esetén a hcp rácsú ε-fázis, míg nagy alakítás esetén a tkk rácsú α'-martenzit dominál. A DSS, illetve az LDSS ötvözetek ausztenitjének eltérő stabilitását az eltérő rétegződési hiba energiájukkal (SFE) magyarázhatjuk. Az LDSS ötvözetek – kisebb molibdén tartalma miatt – rétegződési hiba energiája alacsonyabb, mint a DSS acéloké ezért ausztenit fázisuk is kevésbé stabilis.

## 6.2.1 Ausztenites korrózióálló acélon végzett vizsgálatok

#### [S34], [S39], [S26], [S48], [S36], [S62], [S70]

Vizsgálataimat AISI 306 típusú ausztenites korrózióálló acélon végezetem, aminek energia diszperzív spektrométeres eljárással mért kémiai összetételét tartalmazza a 6.4 táblázat.

6.4 táblázat A vizsgált ausztenies korrózióálló acél EDS méréssel meghatározott kémiai

összetétele.

| Si   | Mn   | Cr    | Ni   | Fe    |
|------|------|-------|------|-------|
| 0,56 | 1,49 | 18,57 | 8,36 | 71,02 |

A mintákat 1100 °C hőmérsékletű 1 órás homogenizáló hőkezelést követően vízben hűtöttem a karbid kiválások és az esetleges alakítás indukált martenzit fázisok megszüntetése céljából. A metallográfiai módszerrel meghatározott átlagos szemcseméret 30 µm volt. A vizsgálatokhoz három mintasorozatot készítettem elő.

- 1. Az első sorozat [S34] mintáit tíz közel egyenletes lépésben, normál hőmérsékleten hengerléssel alakítottam. Az alakítottság legnagyobb mértéke 68% volt.
- A második sorozat [S39] mintáit szakítógépben 11 lépésben nyújtottam, 1 mm/perc alakítási sebességgel. Az egyenletes alakváltozás tartományában elért legnagyobb képlékeny alakváltozás mértéke 48% volt.
- 3. A harmadik sorozat [S34] 12 darab mintáját hengerléssel egységesen 47,8% mértékben alakítottam. Ezt követően a mintákat a 400-1000 °C hőmérséklettartományban, a hőmérsékletet 50 °C lépésekben egyenletesen növelve 30 perces izotermikus hőkezelésnek vetettem alá. A minták a hőntartást követően szabad levegőn hűltek.

A minták ferromágneses α'-martenzit tartalmát kezdeti permeabilitás mérésen alapuló mérőkészülékkel, Vickers keménységüket (HV10) KB 250 BNRZ (KB Prüftechnik) típusú keménységmérő berendezéssel mértem.

#### 1. mintasorozat [S34]

A hengerléssel alakított minták  $\alpha$ '-martenzit tartalma és Vickers keménysége monoton növekedést mutat a hengerlési alakítottság növekedésével, a martenzit tartalom a rendkívül magas 69 tf% értékig növekszik (6.9 ábra). Megállapítottam, hogy hengerlés hatására az  $\alpha$ 'martenzit tartalom már a kezdeti, azaz legkisebb alakváltozástól növekedést mutat, és közel egyenletesen növekszik a teljes alakítási tartományban.

Érdekes eredményt adott a minták koercitív terének koerciméteres mérése (az alkalmazott mérési módszer ismertetése a 3.6 fejezetben található). A koercitív tér meredeken növekszik egészen mintegy 28%-os alakítottságig, ami 19 tf% α'-martenzit tartalomnak felel meg, e fölött konstans, mintegy 38 A/cm-es értéket vesz fel (6.10 ábra). Azaz, a ferromágneses, alakítási martenzit mennyiségének 28%-os alakítottság fölötti további növekedése már nem növeli a minta koercitív terét.



**6.9 ábra** A hengerléssel alakított minták martenzit tartalmának és Vickers keménységének változása az alakítottság függvényében [S34].



**6.10 ábra** A hengerléssel alakított minták martenzit tartalmának és koercitív terének változása az alakítottság függvényében [S34].

A hengerléssel alakított minták esetén a mechanikai keménység a kezdeti meredek emelkedést követően lineáris kapcsolatban van a kialakult α'-martenzit mennyiségével (6.11 ábra). Ebből arra következtettem, hogy mintegy 12 tf% α'-martenzit tartalomig a keménység

intenzív növekedésének hátterében főként az ausztenit alakítási keményedése áll, ami mellett további járulékként a martenzit fázis megjelenése szerepel. 12 tf% α'-martenzit tartalom fölött azonban a keménység növekedését már egyedül az α'-martenzit mennyiségének emelkedése magyarázza.



**6.11 ábra** A hengerléssel alakított minták Vickers keménysége a martenzit tartalmuk függvényében.

## 2. mintasorozat [S39]

A második mintasorozat szakítógépben megnyújtott mintái esetén a ferromágneses fázis mennyiségének növekedése csak 20%-nál nagyobb mértékű alakváltozás esetén indult meg, mennyisége az alakítás mértékének növekedésével folyamatosan emelkedő meredekséggel növekedett egészen 12 tf% értékig (6.12 ábra). Ezt a jelenséget a  $\gamma \rightarrow \alpha'$  fázisátalakulás során bekövetkező mintegy 2,83% mértékű fajtérfogat növekedéssel magyaráztam [S34]. A martenzit fázis térfogat növekedése következtében ugyanis a szomszédos ausztenit szemcsékre azok folyáshatáránál nagyobb nyomófeszültséget gyakorol, ami pozitív visszacsatolásként növeli a martenzites fázisátalakulás sebességét. Figyelemre méltó, hogy a meredeken növekvő martenzit tartalom egyre csökkenő mértékű keménység növekedéssel társult.

Megállapítottam, hogy a hengerlés által létrehozott komplex képlékeny alakváltozás lényegesen nagyobb mennyiségű  $\alpha$ '-martenzit fázist hoz létre, mint az egytengelyű húzó igénybevétel. Hengerléssel 69 tf%, megnyújtással maximálisan 12 tf%  $\alpha$ '-martenzit jött létre a kísérleteim során. Azonos mértékű, 40%-os képlékeny alakítás hengerlés esetén 40 tf%, megnyújtás esetén 16 tf%  $\alpha$ '-martenzit kialakulását eredményezte.

A megnyújtással és a hengerléssel végzett kísérletek eredményeinek összevetéséből azt a következtetést vontam le, hogy a keménység növekedésének hátterében két eltérő fémtani folyamat, a diszlokáció-sűrűség növekedése és az α'-martenzit mennyiségének növekedése áll. E két keménység, illetve szilárdság növelő mechanizmus a kialakult martenzit tartalom függvényében elkülöníthető.

Mindkét vizsgált képlékeny alakítási mód esetén megállapítható, hogy mintegy 12 tf% α'martenzit tartalomig a keménység növekedését elsősorban az ausztenit képlékeny alakváltozása következtében történő diszlokáció-sűrűség növekedése okozza.



**6.12 ábra** A megnyújtással alakított minták martenzit tartalmának és keménységének változása az alakítottság függvényében [S39].

A hengerlés által létrehozott, 12 tf%-ot meghaladó α'-martenzit tartalom esetén a keménység további növekedését a martenzit fázis mennyiségi növekedésével magyaráztam. Ez a megfigyelés összhangban van az ausztenites korrózióálló acélok képlékeny alakváltozási mechanizmusaival [121]. Tudományos közlemények szerint ugyanis a létrejövő martenzit szemcsék egy kritikus fázisarány felett blokkolják a csúszósíkokat megakadályozva ezzel az ausztenit további, konzervatív diszlokáció mozgással történő képlékeny alakváltozását. Az ezt követő, nagyobb alakítottságú állapotokban, az alakváltozás csak a további martenzites fázisátalakulás révén mehet végbe. Az 1. és 2. kísérletsorozataim eredményei alapján megállapítottam, hogy a vizsgált ausztenites ötvözetben 12 tf% α'-martenzit tartalom fölött a képlékeny alakváltozás martenzites átalakulás révén megy végbe.

#### 3. mintasorozat [S34]

A harmadik sorozat 12 darab mintáját hengerléssel egységesen 47,8% mértékben alakítottam. Az alakított minta szövetképét láthatjuk a 6.13/a ábrán. Ezt követően a mintákat a 400-1000 °C hőmérséklettartományban, a hőmérsékletet 50 °C lépésekben egyenletesen növelve 30 perces izotermikus hőkezelésnek vetettem alá. A minták a hőntartást követően szabad levegőn hűltek. Az 1000 °C hőmérsékleten hőkezelt minta szövete újrakristályosodott, a szemcsékben számos ikersík figyelhető meg (6.13/b ábra).



6.13 ábra A hengerelt (a) és a hengerlést követően 1000 °C hőmérsékleten hőkezelt minta (b) optikai mikroszkópos szövetképe [S34].

A harmadik sorozat hőkezelt mintái esetén megállapítottam, hogy az α'-martenzit-ausztenit fázisátalakulás az 500-800 °C hőmérséklet tartományban ment végbe (6.14 ábra). 800 °C hőmérséklet fölött α'-martenzit nem volt kimutatható az alkalmazott mágneses méréssel, vagyis az alakítási martenzit visszaalakulása befejeződött. Figyelemre méltó azonban, hogy az α'-martenzit tartalom és a Vickers keménység eltérően módon változott. A keménység csökkenése 550 °C hőmérsékleten indult és 1000 °C-on fejeződött be, ahol a minták keménysége megközelítette az alakítást megelőző, a kiindulási állapotnak megfelelő értéket. Megállapítottam, hogy a martenzit visszaalakulása alacsonyabb hőmérsékleten kezdődik, és eltérő hőmérséklet tartományban történik, mint a keménység csökkenése. Ezt a jelenséget több egyszerre jelentkező fémtani hatással magyaráztam. Egyrészt a visszaalakult ausztenit szemcsék nagy diszlokáció-sűrűségűek továbbá nagy mennyiségben tartalmaznak ikersíkokat és/vagy illeszkedési hibákat, amelyek továbbra is fenntartják a magas keménységű állapotot [131]. Másrészt a hőkezelés során 500 °C hőmérséklet fölött létrejöhetnek M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> összetételű karbid szemcsék, amelyek a diszlokációk mozgását nehezítve keménységnövelő hatásúak. A finom, diszperz eloszlású karbidok precipitációja először a szemcsehatárok mentén, majd az ikersíkok és a csúszási sávok mentén végül pedig az ausztenit szemcsék belsejében történik [121]. A 700 °C hőmérsékleten hőkezelt minta szövetképén jól megfigyelhető az ausztenit szemcsék belsejében lévő nagyszámú karbid kiválás (6.15 ábra).

A hőmérséklet további emelésének hatására a diszlokációk és az említett felületszerű hibák számának csökkenése lehetővé teszi a keménység csökkenését. A hőkezelés során a karbid szemcsék durvulnak, átlagos méretük növekedésével csökken diszlokáció mozgást akadályozó hatásuk. A karbidok 1050 °C hőmérséklet alatt stabilisak, beoldódásuk e fölött történik [122].

dc\_839\_14



**6.14 ábra** A hőntartás hatása az alakított (47,8%) minták α'-martenzit tartalmára és Vickers keménységére [S34].



**6.15 ábra** A 700 °C hőmérsékleten hőkezelt minta szövetképe. Az ausztenit szemcsék belsejében nagyszámú karbid kiválás látható [S39].

**6.2.1 fejezet összefoglalása** (Ausztenites korrózióálló acél vizsgálataiból levonható következetések.)

[S34], [S39], [S26], [S48], [S36], [S62], [S70]

Az AISI 304 típusú ausztenites korrózióálló acélban képlékeny alakítás és hőkezelés hatására történő fázisátalakulások vizsgálata során az alábbi megállapításokat tettem.

#### Hideghengerléssel 0-68% alakváltozási tartományban alakított mintasorozat.

 Megállapítottam, hogy a hengerléssel alakított minták α'-martenzit tartalma és Vickers keménysége monoton növekedést mutat az alakítottság növekedése során, az α'martenzit tartalom 69 tf% értékig növekszik. A hengerlés során az α'-martenzit tartalom

már a kezdeti, azaz legkisebb alakváltozástól növekedést mutat, és közel egyenletesen növekszik a teljes képlékeny alakítási tartományban.

- A minták koercitív tere meredeken növekszik egészen mintegy 28%-os alakítottságig, ami 19 tf% α'-martenzit tartalomnak felel meg, e fölött konstans, mintegy 38 A/cm-es értéket vesz fel. Azaz, a ferromágneses, alakítási martenzit mennyiségének 28%-os alakítottság fölötti további növekedése már nem befolyásolja a minta koercitív terét.
- A hengerléssel alakított minták esetén a mechanikai keménység a kezdeti meredek emelkedést követően lineáris kapcsolatban van a kialakult α'-martenzit mennyiségével. Ebből arra következtettem, hogy mintegy 12 tf% α'-martenzit tartalomig a keménység intenzív növekedésének hátterében főként az ausztenit alakítási keményedése áll, ami mellett további járulékként a martenzit fázis megjelenése szerepel. Azonban 12 tf% α'martenzit tartalom fölött a keménység további növekedését az α'-martenzit mennyiségének emelkedésével eredményezi.

### Nyújtással 0-48% alakítottsági tartományban képlékenyen hidegalakított minták.

- Megállapítottam, hogy a ferromágneses fázis mennyiségének növekedése csak 20%nál nagyobb mértékű alakváltozás esetén indult meg, mennyisége az alakítás mértékének növekedésével folyamatosan emelkedő meredekséggel növekszik egészen 12 tf% értékig. Ezt a jelenséget a γ→α' fázisátalakulás során bekövetkező mintegy 2,83% mértékű fajtérfogat növekedéssel indokolom. A martenzit fázis térfogat növekedése ugyanis a szomszédos ausztenit szemcsékre azok folyáshatáránál nagyobb nyomófeszültséget gyakorol, ami pozitív visszacsatolásként növeli a martenzites fázisátalakulás sebességét.
- A nagy alakváltozási tartományban a meredeken növekvő martenzit tartalom egyre csökkenő mértékű keménység növekedéshez társul.
- Megállapítottam, hogy a hengerlés által létrehozott komplex képlékeny alakváltozás lényegesen nagyobb mennyiségű α'-martenzit fázist hoz létre, mint az egytengelyű húzó igénybevétel. Hengerléssel 69 tf%, megnyújtással maximálisan 12 tf% α'martenzit jött létre a kísérleteim során. Azonos mértékű, 40%-os képlékeny alakítás hengerlés esetén 40 tf%, megnyújtás esetén 16 tf% α'-martenzit kialakulását eredményezte.

A megnyújtással és a hengerléssel végzett kísérletek eredményeinek összevetéséből azt a következtetést vontam le, hogy a keménység növekedésének hátterében két eltérő fémtani folyamat, a diszlokáció-sűrűség növekedése és az α'-martenzit mennyiségének növekedése áll. E két keménység, illetve szilárdság növelő mechanizmus a kialakult martenzit tartalom függvényében elkülöníthető.

Mindkét vizsgált képlékeny alakítási mód esetén megállapítható, hogy mintegy 12 tf% α'martenzit tartalomig a keménység, illetve szilárdság növekedését elsősorban az ausztenit képlékeny alakváltozása következtében történő diszlokáció-sűrűség növekedése okozza. A hengerlés által létrehozott, 12 tf%-ot meghaladó α'-martenzit tartalom esetén a keménység további növekedését a martenzit fázis mennyiségi növekedésével magyarázhatjuk. Ez a megfigyelés összhangban van az ausztenites korrózióálló acélok képlékeny alakváltozási

mechanizmusaival [120]. Tudományos közlemények szerint ugyanis a létrejövő martenzit szemcsék egy kritikus fázisarány felett blokkolják a csúszósíkokat megakadályozva ezzel az ausztenit további, konzervatív diszlokáció mozgással történő képlékeny alakváltozását. Az ezt követő, nagyobb alakítottságú állapotokban, az alakváltozás csak a további martenzites fázisátalakulás révén mehet végbe. Az 1. és 2. kísérletsorozataim eredményei alapján arra következtettem, hogy a vizsgált ausztenites ötvözetben 12 tf% α'-martenzit tartalom fölött a képlékeny alakváltozás martenzites átalakulás révén megy végbe.

# Egységesen 47,8% mértékben hideghengerléssel alakított, majd 400-1000 °C hőmérséklet tartományban történt 30 perces izotermikusan hőkezelt minták.

- Megállapítottam, hogy a α'-martenzit→ausztenit fázisátalakulás az 500-800 °C hőmérséklet tartományban megy végbe. 800 °C hőmérséklet fölött α'-martenzit nem volt kimutatható az alkalmazott mágneses méréssel, vagyis az alakítási martenzit visszaalakulása befejeződött.
- Az  $\alpha$ '-martenzit tartalom és a Vickers keménység eltérően változott. A keménység csökkenése 550 °C hőmérsékleten indult és 1000 °C-on fejeződött be, ahol a minták keménysége megközelítette az alakítást megelőző, a kiindulási állapotnak megfelelő értéket. Azaz, a martenzit visszaalakulása kisebb hőmérsékleten kezdődik és eltérő hőmérséklet tartományban történik, mint a keménység csökkenése. Ezt a jelenséget több egyszerre jelentkező fémtani hatással magyaráztam. Egyrészt a visszaalakult ausztenit szemcsék nagy diszlokáció-sűrűségűek továbbá nagy mennyiségben tartalmaznak ikersíkokat és/vagy illeszkedési hibákat, amelyek továbbra is fenntartják a nagy keménységű állapotot. Másrészt a hőkezelés során 500 °C hőmérséklet fölött létrejöhetnek az M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> összetételű karbid szemcsék, amelyek a diszlokációk mozgását nehezítve keménységnövelő hatásúak. A finom, diszperz eloszlású karbidok precipitációja először a szemcsehatárok mentén, majd az ikersíkok és a csúszási sávok mentén végül pedig az ausztenit szemcsék belsejében történik. A hőmérséklet további emelésének hatására a diszlokációk és az említett felületszerű hibák számának csökkenése lehetővé teszi a keménység csökkenését. A hőkezelés során a karbid szemcsék durvulnak, átlagos méretük növekedésével csökken a diszlokáció mozgást akadályozó hatásuk.

## 6.2.2 Szuperduplex korrózióálló acélon végzett vizsgálatok

[S5], [S30], [S16], [S33], [S7], [S52], [S65], [S37], [S59], [S95], [S92], [S46], [S74], [S73]

Munkám során szuperduplex korrózióálló acélban (SDSS) a ferrit fázis hőkezelés hatására történő szekunder ausztenitté és szigma fázissá történő bomlását vizsgáltam, egyebek mellett mágneses mérések segítségével. Vizsgálataimat 2507 típusú acélon végeztem, aminek kémiai összetételét a 6.5 táblázat mutatja.

| С     | Si   | Mn   | Р     | S     | Cr   | Ni   | Мо   | Cu   | Ν    |
|-------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|
| 0.015 | 0.24 | 0.83 | 0.023 | 0.001 | 24.8 | 6.89 | 3.83 | 0.23 | 0.27 |

| 6.5 táblázat | A vizsgált SDSS nominális kémiai összetétele. |
|--------------|---|
|--------------|---|

A vizsgált minták mindegyikéről hossz- és keresztirányú metallográfiai csiszolatokat készítettem. A metallográfiai maratás ún. Beraha-féle marószerben (100ml H<sub>2</sub>O, 20ml HCl, 1g kálium-metabiszulfit) történt. Ez a marószer intenzíven marja a ferritet, az ausztenit szemcsék felülete azonban fényes marad, aminek következtében a ferrit szemcsék sötétebbnek látszanak a szövetképeken. A kiindulási állapotú és a 10%-os hengerlési alakítást kapott minták hosszirányú metallográfiai csiszolatának képét látjuk a 6.16 ábrán. A kiindulási állapotú mintában a ferrit és ausztenit fázisok aránya a korróziós tulajdonságok szempontjából közel optimális 42/58 %-ra adódott.



a,

b,

6.16 ábra Két vizsgált DSS minta hosszirányú csiszolatának optikai mikroszkópos szövetképe.

(a.) A kiindulási állapotú minta.

(b.) A 10%-os hengerlési alakításnak alávetett minta (a 4. mintasorozatból).

dc\_839\_14

Vizsgálataim során négy mintasorozatot készítettem elő és vizsgáltam:

- 1. Egységesen 60 perc időtartamú izotermikus hőkezelés, 500-900 °C hőmérséklettartományban.
- 2. Egységesen 20 perc időtartamú izotermikus hőkezelés, 720-900 °C hőmérséklettartományban.
- 3. Egységesen 900 °C hőmérsékleten végzett izotermikus hőkezelés, 1-180 perc időtartományban.
- 4. Eltérő mértékben hidegen hengerelt minták egységesen 40 perc időtartamú izotermikus hőkezelése 400 és 900 °C hőmérsékleten.

#### 1. mintasorozat [S30], [S33], [S37], [S65]

A mintákat 500, 600, 650, 700, 750, 800 és 900°C hőmérsékleten egységesen 60 perc idejű hőkezelésnek vetettem alá, amit követően vízben hűtöttem azokat.

A minták lemágnesezését követően első mágnesezési görbéiket a 3.2 pontban ismertetett rezgőmintás magnetométerrel mértem, ami lehetővé tette a minták mágneses telítését.

A ferrit fázis bomlási folyamatának következtében a fajlagos telítési polarizáció értékek a hőkezelés során monoton csökkentek (6.17 ábra). Felhasználva, hogy a telítési polarizáció értéke egyenesen arányos a mintában lévő ferro- illetve ferrimágneses fázisok mennyiségével [78], meghatároztam a minták ferrit tartalmát. A dekompozíciós folyamat során a ferrit relatív mennyisége a kiindulási 42%-os értékről 8,3%-ra csökkent.



**6.17 ábra** A hőkezelt SDSS minták VSM méréssel meghatározott első mágnesezési görbéi. Megfigyelhető a telítési polarizáció hőkezelés hatására történő csökkenése.

A hőkezelt mintákon a dolgozat 3.1 pontjában ismertetett mérési összeállítással végzett AC magnetométeres mérések során a legnagyobb gerjesztő mágneses tér 150 A/cm értékű volt. A mérések során kapott remanens indukció és koercitív tér értéket láthatjuk a 6.18 ábrán. Figyelemre méltó, hogy a koercitív tér értéke nem változik a dekompozíciós folyamat során. Megállapítottam továbbá, hogy ha az első mágnesezési görbék (6.17 ábra) telítési polarizáció értékeit olyan relatív skálán ábrázoljuk, aminek legnagyobb értéke egy, azaz a görbéket "összenormáljuk" akkor átfedő, azonos felfutású görbékhez jutunk. E két kísérleti tény alapján arra következtettem, hogy a ferrit bomlási folyamata során annak mágneses tulajdonságai nem változnak.



**6.18 ábra** A hőkezelt SDSS minták remanens indukció és koercitív tér értékeinek változása a hőkezelés hőmérsékletének függvényében.

Az AC megnetométeres mérések eredményeiből számított ferrit tartalom és a Vickers keménység (HV10) értékek összevetéséből (6.19 ábra) látható, hogy a ferrit bomlási folyamata 500 °C hőmérsékleten kezdődik azonban csak 700 °C felett válik intenzívvé. A diffúziós fázisátalakulás legnagyobb sebességgel 800 °C hőmérsékleten zajlik, ami megfelel az izotermikus átalakulási (TTT) diagram orrpontjának [125]. A ferrit fázis mennyiségi csökkenése a keménység növekedésével jár együtt, amit a  $\delta \rightarrow \gamma' + \sigma$  fázisátalakulás kinetikájával magyaráztam. А ferrit dekompozíciója ugyanis az ausztenit-ferrit szemcsehatárokon indul, a ferrit rovására növekedő szekunder ausztenit szemcsék belsejében diszperz eloszlású, apró σ-fázis kiválások keletkeznek [126], amelyek a szekunder ausztenit szemcsék és így az ötvözet keménységét is nagymértékben növelik. A 700 °C hőmérsékleten hőkezelt mintán végzett EBSD vizsgálat fázistérképe jól szemlélteti és igazolja az elmondottakat (6.20 ábra).

dc\_839\_14



**6.19 ábra** A hőkezelt SDSS minták ferrit tartalmának és keménységének értékeinek változása a hőkezelés hőmérsékletének függvényében.



6.20 ábra A 700 °C hőmérsékleten hőkezelt minta EBSD fázistérképe.
 Fekete: ferrit, szürke: ausztenit, fehér: szigma-fázis

A kiindulási állapotú továbbá a 700, 750 és 800 °C hőmérsékleten hőkezelt mintákról EBSD fázistérképeket készítettem a ferrit fázis relatív mennyiségének meghatározása céljából. Az EBSD felvételeket az V. függelékben láthatjuk, a mérések számszerű eredményeit a 6.6 táblázat tartalmazza. Megállapítottam, hogy a telítési indukció értékeiből származtatott és az EBSD mérésekből számított relatív ferrit mennyiségek jól megegyeznek, azaz az EBSD mérések igazolták a mágneses mérések eredményeit (6.6 táblázat).

| Hőkezelés VSM magnetométer<br>hőmérséklete (°C) |       | AC magnetométer | EBSD |
|---|-------|-----------------|------|
| Kiindulási állapot                              | 42%   | 42%             | 43%  |
| 700   | 37,5% | 37%             | 36%  |
| 750   | 24%   | 24%             | 26%  |
| 800   | 8,3%  | 8,5%            | 9,6% |

**6.6 táblázat** A ferrit relatív mennyisége négy hőkezelt SDSS minta esetén, mágneses (VSM és AC magnetométer) és EBSD méréssel meghatározva.

### 2. mintasorozat [S5]

A mintákat 720, 740, 760, 780, 800, 820, 840, 860, 880 és 900°C hőmérsékleten egységesen 20 perc idejű izotermikus hőkezelésnek vetettem alá, amit követően vízben hűtöttem azokat.

A minták mágnesezési görbéit a dolgozat 3.3 pontjában ismertetett DC magnetométerrel mértem. A legnagyobb gerjesztő tér értéke 2000 A/cm volt, ami a zárt mágneses körnek köszönhetően elégendőnek bizonyult a minták telítésig való mágnesezéséhez (6.21 ábra).

A ferrit tartalom monoton csökkent a hőkezelési hőmérséklet függvényében (6.22 ábra). A ferrit bomlási folyamata termikusan aktivált folyamat, aminek aktiválási energiáját az eredmények Arrhenius-féle ábrázolása alapján, az illesztett egyenes meredekségéből meghatároztam. A vizsgált SDSS-ben található ferrit fázis termikus bomlási folyamatának aktiválási energiája 177 kJ/mol értékűnek adódott.



**6.21 ábra** A kiindulási állapotú és egy hőkezelt SDSS minta DC magnetométerrel felvett hiszterézis görbéje.



**6.22 ábra** A ferrit mennyiségének és a minták telítési polarizációjának alakulása a 20 percig hőntartott mintákban a hőkezelési hőmérséklet függvényében.

#### 3. mintasorozat [S16]

A mintákat 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10, 15, 30, 45, 60, 90, 120 és 180 perc időtartamú, egységesen 900°C hőmérsékletű hőntartásnak vetettem alá, amit követően vízben hűtöttem azokat.

A minták mérését a dolgozat 3.2 pontjában ismertetett rezgőmintás magnetométerrel végeztem, a gerjesztő tér legnagyobb értéke 5000 A/cm volt.

A fajlagos telítési mágnesezettség, illetve a ferrit fázis vele arányos mennyisége a hőkezelési folyamat kezdetén, inkubációs idő nélkül csökkenni kezdett, és a csökkenés a hőkezelés teljes időtartama alatt monoton módon folyatódott (6.23 ábra).



6.23 ábra Az egységesen 900 °C hőmérsékleten hőntartott minták mérési eredményei. A fajlagos telítési mágnesezettség és a ferrit relatív térfogataránya a hőkezelési idő függvényében.

A hőkezelést követően a mintákon fázisanalízis céljából röntgendiffrakciós (XRD) méréseket végeztem. A vizsgálat Philips PW 3710 típusú diffraktométerrel történt, grafit monokromátor és proporcionális számláló alkalmazásával, CuK $\alpha$  sugárzás ( $\lambda$ =0.15418 nm) használatával. A diffraktogramok felvétele "step scan" módban 2 $\Theta$ =40...100° szögtartományban történt. A mérés eredményeiként adódó fázisarányokat a 6.24 ábrán látjuk. Az XRD mérések eredményei alátámasztják, hogy a ferrit hőbomlása azonnal, inkubációs idő nélkül megindult és a szigma-fázis mennyiségének egyidejű növekedése mellett végbement (6.24 ábra) ami összhangban van a mágneses méréseim eredményeivel.



**6.24 ábra** A 900°C hőmérsékleten hőntartott minták fázisarányának alakulása a hőkezelés idejének függvényében. (XRD mérés)

A minták mechanikai keménységének mérését Buehler 1105 keménységmérő berendezéssel végeztem 2,943 N (300 g) terheléssel. A Vickers keménység értéke monoton növekedést mutat a hőkezelés során. A ferrit csökkenése illetve a szigma-fázis az ezzel együtt járó mennyiségi növekedése a keménység növekedését okozta (6.25 ábra), ami összhangban van az 1. mintasorozat esetén megfigyeltekkel.



**6.25 ábra** A 900°C hőmérsékleten hőntartott minták ferrit tartalmának alakulása a hőkezelés idejének függvényében.

Az EBSD felvételek e mintasorozat esetén is igazolták, hogy a diszperz eloszlású σ-fázis kiválások az ausztenit szemcsék belsejében jönnek létre (6.26 ábra) s így azok a keménység jelentős növekedését okozzák.



a,

b,



(a) csiszolatának SEM felvétele. Jelölt fázisok: α - ferrit, γ - ausztenit, σ - szigma-fázis
 (b) EBSD fázistérképe. (Zöld: ferrit, világos sárga: σ-fázis, piros: ausztenit.)

### 4. mintasorozat [S7], [S52]

A kísérletsorozat során a 8 mm kiindulási vastagságú mintákat szobahőmérsékleten, 130 mm hengerátmérőjű hengerszéken több lépésben mintegy 3 cm/s sebességgel alakítottam, a vastagságot mintegy 0,1 mm-el csökkentve szúrásonként. A két hét-hét darabból álló mintasorozat esetén a képlékeny hidegalakítás mértéke 10%, 25%, 35%, 50%, 65% és 85%-os mértékű volt. A hideghengerlést követően az első hét mintát 400 °C hőmérsékleten, a második sorozatot pedig 900 °C hőmérsékleten izotermikusan hőkezeltem egységesen 40 perc időtartamig, amit követően a minták levegőn hűltek.

A kiindulási állapotú ötvözetben kizárólag ausztenit és ferrit szemcsék figyelhetőek meg, szigma-fázis nem látható. A BSE detektorral végzett pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok eredményei jól mutatják, hogy az alkalmazott hideghengerlés hatására ferrit és ausztenit szemcsék egyaránt megnyúltak illetve felaprózódtak, továbbá az ausztenit szemcsékben nagyszámú ikerhatár alakult ki (6.27/a ábra). A 900 °C hőmérsékleten végzett hőkezelés hatására a ferrit szemcsék többségükben szigma-fázissá és szekunder ausztenitté alakultak (6.27/b ábra).



- **6.27 ábra** (a) A hengerelt (50%) minta SEM BSE képe (sötét tartomány: ferrit, világos tartomány: ausztenit). Láthatóak az ausztenitben kialakult ikersíkok.
- (b) A hengerelt (50%) és 900 °C hőmérsékleten hőkezelt minta SEM BSE képe. Láthatóak az elbomlott ferrit helyén kialakult ausztenit és szigma fázis szemcsék.

A minták mágneses tulajdonságainak mérését a 3.3 fejezetben ismertetett DC magnetométerrel végeztem, az alkalmazott legnagyobb gerjesztő tér mintegy 2100 A/cm volt, ami a zárt mágneskörös mérési összeállításban biztosította a minták mágneses telítését. A minták ciklikus lemágnesezését követően mértem azok első mágnesezési és telítési hiszterézis görbéit. A hengerelt mintákon felvett első mágnesezési görbék telítési polarizáció értékei ( $\mu_0$ M<sub>s</sub>) azonosnak tekinthetők (átlagos értéke 0,397 T), ami igazolja, hogy a vizsgált SDSS ötvözetben még a nagymértékű (85%) képlékeny alakítás sem hozott létre alakítási martenzit fázist, azaz az ausztenit stabilis (6.28 ábra).

EDS méréssel meghatároztam a kiindulási állapotú SDSS minta ausztenit és ferrit fázisának kémiai összetételét, az eredményeket a 6.7 táblázatban tüntettem fel.

|           | Мо   | Cr    | Mn   | Fe    | Ni   |
|-----------|------|-------|------|-------|------|
| Ausztenit | 3,01 | 23,61 | 1,09 | 63,7  | 8,42 |
| Ferrit    | 5,09 | 26,6  | 0,91 | 61,85 | 5,56 |

**6.7 táblázat** A vizsgált SDSS ausztenit és ferrit fázisának összetétele (tömeg%).

A vizsgált SDSS ötvözet rétegződési hiba energiáját (SFE) a (13) összefüggéssel a 6.7 táblázat ausztenitre vonatkozó összetétel adatainak felhasználásával számolva az 47,2 mJ/m<sup>2</sup> értékűre adódik. E nagy rétegződési hiba energia indokolja az SDSS ötvözet ausztenit fázisának stabilitását. Irodalmi adatok szerint az AISI 304 típusú ausztenites korrózióálló acél ausztenit fázisának rétegződési hiba energiája csak mintegy 18 mJ/m<sup>2</sup>, ami ausztenitjének metastabilis viselkedését okozza [123], [124].

A hidegen hengerelt és 400 °C hőmérsékleten hőntartott SDSS minták első mágnesezési görbéi szintén azonos, a hőkezeletlen mintákéval megegyező telítési polarizáció értékeket adtak. Megállapítható, hogy a 400 °C hőmérsékleten 40 perc ideig végzett hőkezelés

hatására nem indult el a ferrit fázis hőbomlási folyamata, ami összhangban van a jelen fejezetben tárgyalt 1. kísérletsorozatom eredményeivel (6.29 ábra).

Az előzetesen hidegen hengerelt és 900 °C hőmérsékleten 40 perces hőkezelésnek alávetett SDSS minták telítési polarizáció értékei azonban jelentősen csökkentek a hengerelt állapotú mintákhoz képest, ami egyértelműen mutatja a ferrit mennyiségének csökkenését, illetve a termikus bomlási folyamat előrehaladását (6.30 ábra). Figyelemre méltó, hogy a telítési polarizáció értékei jelentősen függenek a képlékeny alakítottság mértékétől. Nagyobb mértékű képlékeny alakítottsághoz alacsonyabb telítési polarizáció értékek tartoznak. Megállapítottam, hogy a hőkezelést megelőző képlékeny hidegalakítás elősegíti a vizsgált SDSS ötvözetben a ferrit termikus bomlási folyamatát. A 6.31 ábrán látható, hogy kismértékű alakítottság már jelentős mértékben gyorsítja a ferrit bomlását, megfigyelhető azonban az is, hogy az alakítottság további növekedése már egyre kevésbé befolyásolja a bomlási folyamat sebességét. A rendelkezésre álló eredmények alapján arra következtethetünk, hogy a 65%nál nagyobb mértékű alakítás már nem jár a ferrit bomlási sebességének további növekedésével. Az előzetes képlékeny alakításnak a ferrit termikus bomlási sebességére gyakorolt hatását az alakítás hatására az ausztenit szemcsék belsejében létrejövő ikerhatárok és illeszkedési hibák sűrűségének növekedésével magyaráztam. Az említett felületszerű rácshibák hatása kettős. Egyrészt azok metszésvonalai, kristálycsírákat létrehozva, elősegítik a szigma-fázis nukleációját [126], [127], [128]. Másrészt a szigma-fázis kialakulásához szükséges króm és molibdén diffúziója gyorsabb a felületszerű hibák mentén. Eredményeim összhangban vannak az irodalomban "deformation induced ferrite transformation" (DIFT) néven említett jelenségkörrel. Korábbi vizsgálatok során egyebek mellett megfigyelték a képlékeny alakításnak a ferrit spinodális bomlási folyamatára gyakorolt gyorsító hatását [129], továbbá, hogy hőkezelés hatására az alakított SDSS mintákban nagyobb mennyiségű szigma-fázis jön létre, mint az alakítatlan párjaikban [130].



6.28 ábra A hidegen hengerelt SDSS minták első mágnesezési görbéi.

dc\_839\_14



**6.29 ábra** A hidegen hengerelt és 400 °C hőmérsékleten hőntartott SDSS minták első mágnesezési görbéi.



**6.30 ábra** A hidegen hengerelt és 900 °C hőmérsékleten hőntartott SDSS minták első mágnesezési görbéi.

dc\_839\_14



**6.31 ábra** A hidegen hengerelt és 900 °C hőmérsékleten hőntartott SDSS minták telítési polarizáció értékei az alakítottság függvényében.

Az előzetesen eltérő mértékben hidegen hengerelt és 900 °C hőmérsékleten hőntartott SDSS minták ferrit tartalmának és a hőkezelés hatására elbomlott ferrit mennyiségének alakulását mutatja a 6.32 ábra.



**6.32 ábra** A hidegen hengerelt és 900 °C hőmérsékleten hőntartott SDSS minták ferrit tartalma továbbá a képlékeny alakítás és a hőkezelés együttes hatására átalakult ferrit mennyisége az alakítottság függvényében.

A mágneses mérésekből származó eredményeket alátámasztják a mintákon végzett EBSD vizsgálataim eredményei is. A 6.33 ábra a kiindulási állapotú és az 50% mértékben alakított minta fázistérképét mutatja 900 °C hőmérsékletű 40 perces hőkezelést követően. Az alakítatlan mintában ferrit szemcséket is megfigyelhetünk, azaz a ferrit bomlási folyamata csak részlegesen ment végbe, amíg az alakított mintában az EBSD vizsgálat ferrit szemcsét már nem mutatott ki.



a,

b,

6.33 ábra A két vizsgált SDSS minta EBSD fázistérképe 900 °C hőmérsékletű hőkezelést követően.

(a.) A kiindulási állapotú minta.

(b.) 50%-os hengerlési alakítást követően.

Piros: ausztenit, zöld: ferrit, sárga: szigma-fázis, fekete: nem azonosított pont.

**6.2.2 fejezet összefoglalása** (Szuperduplex korrózióálló acél vizsgálataiból levonható következetések.)

[S5], [S30], [S16], [S33], [S7], [S52], [S65], [S37], [S59], [S95], [S92], [S46], [S74], [S73]

2507 típusú szuperduplex korrózióálló acél mintákon négy kísérletsorozatban végzett vizsgálataim alapján a következő megállapításokat tettem:

60 perces izotermikus hőkezelés során ferrit eutektoidos bomlási folyamata 500 °C hőmérsékleten kezdődik azonban csak 700 °C felett válik intenzívvé. A diffúziós fázisátalakulás legnagyobb sebességgel 800 °C hőmérsékleten zajlik, ami megfelel az izotermikus átalakulási diagram orrpontjának. A ferrit fázis mennyiségi csökkenése a keménység növekedésével jár együtt, amit a  $\delta \rightarrow \gamma' + \sigma$  fázisátalakulás kinetikájával magyaráztam. A ferrit dekompozíciója ugyanis az ausztenit-ferrit szemcsehatárokon indul, a ferrit rovására növekedő szekunder ausztenit szemcsék belsejében diszperz eloszlású, apró  $\sigma$ -fázis kiválások keletkeznek, amelyek a szekunder ausztenit szemcsék és így az ötvözet keménységét nagymértékben növelik. A 700, 750 és 800 °C hőmérsékleten hőkezelt mintákon elvégzett EBSD vizsgálatok fázistérképei megerősítik az elvégzett mágneses mérések eredményeit. [S30], [S33], [S37], [S65], [S16]

A 720-900°C hőmérséklet tartományban egységesen 20 percig izotermikusan hőkezelt SDSS minták mágneses telítési polarizáció értékei alapján meghatároztam a ferrit termikusan aktivált bomlási folyamatának aktiválási energiáját, ami 177 kJ/mol értékűnek adódott. [S5]

Megállapítottam, hogy még a nagymértékű képlékeny hidegalakítás (85%-os mértékű képlékeny hideghengerlés) sem okozza a mágneses telítési polarizáció növekedését a vizsgált SDSS ötvözetben, azaz nem hoz létre alakítási martenzit fázist, tehát a vizsgált SDSS ötvözet ausztenit fázisa stabilis. Az ausztenit stabilitását nagy (47,2 mJ/m<sup>2</sup>) rétegződési hiba energiája is alátámasztja. [S7], [S52]

Eltérő mértékben előzetesen hidegen hengerelt és egységesen 40 perc időtartamú 900 °C hőmérsékletű izotermikus hőkezelésnek alávetett SDSS ötvözet minták mágneses telítési polarizáció értékei alapján megállapítottam, hogy a hőkezelést megelőző képlékeny hidegalakítás gyorsítja a ferrit termikus bomlási folyamatát, illetve a szigma-fázis precipitációját. [S7], [S52]

Kismértékű alakítottság már jelentős mértékben gyorsítja a ferrit bomlását, azonban az alakítottság további növekedése már egyre kevésbé befolyásolja a bomlási folyamat sebességét. A rendelkezésre álló eredmények alapján arra következtethetünk, hogy a 65%-nál nagyobb mértékű alakítás már nem jár a ferrit bomlási sebességének további növekedésével. [S7], [S52]

Az előzetes képlékeny alakításnak a ferrit termikus bomlási sebességére gyakorolt hatását az alakítás hatására az ausztenit szemcsék belsejében létrejövő ikerhatárok és illeszkedési hibák sűrűségének növekedésével magyaráztam. Az említett felületszerű rácshibák hatása kettős. Egyrészt azok metszésvonalai, kristálycsírákat létrehozva, elősegítik a szigma-fázis nukleációját, másrészt a szigma-fázis létrejöttéhez szükséges króm és molibdén diffúziója gyorsabb a felületszerű hibák mentén. [S7], [S52]

## 6.2.3 Lean-duplex korrózióálló acélon végzett vizsgálatok

[S4], [S7] [S10], [S12], [S13], [S50], [S51], [S52], [S53], [S54]

A vizsgálatokat Acciaierie Valbruna S.p.a gyártmányú V2101Mn típusú, 8 mm kiindulási vastagságú lean-duplex korrózióálló acél (LDSS) lemezanyagon végeztem, aminek nominális kémiai összetételét mutatja a 6.8 táblázat. A gyártó közlése szerint az alapanyag a meleghengerlést követően 1050 °C hőmérsékletű 30 perces homogenizáló hőkezelést kapott. A kiindulási állapotú minta hossz és keresztirányú metallográfiai csiszolatának pásztázó elektronmikroszkópos, visszaszórt elektron detektorral (BSE) készült szövetképét mutatják a 6.34/a, illetve b ábrák. A képeken a rendszámkontraszt jelensége miatt az eltérő kémiai összetételű ausztenit ( $\gamma$ ) és ferrit ( $\delta$ ) fázisok jól megkülönböztethetőek, a szemcsék hosszirányban elnyújtottak, az alakítás hatása megfigyelhető.



**6.34 ábra** A vizsgált LDSS hossz- (a) és keresztirányú (b) csiszolatának SEM BSE képe. Jelölt fázisok: γ - ausztenit, δ - ferrit

A mintákat szobahőmérsékleten, 130 mm hengerátmérőjű hengerszéken több lépésben mintegy 3 cm/s sebességgel alakítottam, a vastagságot mintegy 0,1 mm-el csökkentve szúrásonként. A kilenc darabból álló mintasorozat esetén a képlékeny hidegalakítás mértéke egyenletes lépésekben növekedett a maximális, 80%-os értékig.

| С     | Cr    | Mn   | Ni   | Si   | Мо   | Р     | S    | Ν    | Cu   | Fe   |
|-------|-------|------|------|------|------|-------|------|------|------|------|
| 0.028 | 21.72 | 3.41 | 1.13 | 0.78 | 0.15 | 0.026 | 0.01 | 0.13 | 0.32 | bal. |







a,

b,



A 6.35 ábrán a vizsgált LDSS hosszirányú metallográfiai csiszolatának optikai mikroszkópos szövetképeit láthatjuk. A metallográfiai előkészítés Beraha-féle sósav bázisú marószer alkalmazásával történt. A szövet a kiindulási állapotban alakított, soros jellegű (6.35/a ábra), az alkalmazott legnagyobb képlékeny alakítást (80%) követően (6.35/b ábra) megfigyelhető a szemcsék összetöredezése, felapródózódása. A metallográfiai vizsgálat során három hossz- és három keresztirányú csiszolaton, 200-szoros nagyítás mellett, 20-20 képmező kiértékelésével meghatároztam a fázisarányt, ami kiindulási állapotban 79,6% ferrit és 20,4% ausztenit értékre adódott.

A 10%, 50% és 80% alakítottságú minták hengerelt felületén a szemcseszerkezet tanulmányozása céljából EBSD vizsgálatokat végeztem. A vizsgálatok LEO 1430 SEM (LEO Electron Microscopy Ltd., Cambridge UK) pásztázó elektronmikroszkóppal egybeépített IncaCrystal 300 (Oxford Instruments, Abington, UK) berendezéssel történtek az olaszországi Universty of Lecco laboratóriumában. Az alkalmazott gyorsító feszültség 20 kV, a lépésköz 0,2 µm volt. A minták mechanikai polírozása 6, 3, 1 µm szemcseméretű gyémánt pasztával történt, amit 0,05 µm szemcséjű kolloid szilika polírozás követett. A vizsgálatok során az ausztenit és a ferrit fázist sikerült azonosítani, az alakítási martenzit fázis közvetlen azonosítása az alkalmazott berendezéssel nem volt lehetséges. Az 50% és 80% alakítottságú minták képminőség térképét (Image Quality vagy IQ map) és fázis térképét mutatják a 6.36, illetve 6.37 ábrák. Megfigyelhető a ferrit és ausztenit szemcsék alakítás hatására történő aprózódása továbbá az ausztenit mennyiségének csökkenése. A képminőség térképeken a sötétebb tartományok jobb képminőséget, azaz kisebb alakítottságot jelentenek. Az 50%-os alakítottsághoz tartozó képminőség térképen látható, hogy a ferritként azonosított tartományok képminősége gyengébb, mint az ausztenit szemcséké. Feltételeztem, hogy e ferritként azonosított tartományok rácsfeszültséggel terhelt, torzult rácsú inhomogén mezők, amelyekben ferrit és alakítási martenzit fázis szemcsék egyaránt találhatóak. E két fázist ugyanis közeli rácsállandójuk miatt az alkalmazott EBSD berendezés nem képes megkülönböztetni.



6.36 ábra Az 50%-os képlékeny alakítottságú LDSS minta hosszirányú EBSD képe.
(a) Képminőség térkép, Image Quality (IQ) map,
(b) Fázis térkép. Sárga: ferrit, lila: ausztenit, fekete: nem indexelt pontok.



6.37 ábra Az 80%-os képlékeny alakítottságú LDSS minta hosszirányú EBSD képe.
 a, Képminőség térkép, Image Quality (IQ) map
 b, Fázis térkép. Sárga: ferrit, lila: ausztenit, fekete: nem indexelt pontok.

A minták keménységét Buehler, Indetamet-1100 típusú keménységmérő berendezéssel 500 gramm terheléssel mértem, a Vickers-keménység képlékeny alakítás hatására történő növekedését mutatja a 6.38 ábra.



**6.38 ábra** A LDSS minták keménységének növekedése az alkalmazott hideghengerlés hatására.

Az alakított lemezminták mágnesezési görbéinek mérését a 3.1 pontban ismertetett AC magnetométerrel végeztem, SMT elrendezésben. A mérőfrekvencia 5 Hz, az alkalmazott legnagyobb gerjesztő tér 2450 A/m volt. Az egyenként 200 darab szimmetrikus belső hiszterézishurok csúcspontjainak mértani helyeként adódó kilenc normál mágnesezési görbét mutatja a 6.39 ábra. Az ausztenit martenzites átalakulása révén létrejövő ferromágneses  $\alpha$ '-fázis mennyiségének növekedése következtében a minták mágneses telítési polarizációja jól láthatóan növekedett a képlékeny alakítás hatására.

dc\_839\_14



**6.39 ábra** Az alakított minták normál mágnesezési görbéi. Mágneses polarizáció ( $\mu_0$ ·M) a gerjesztő tér függvényében.

A mérési eredmények kiértékelését a korábban (a 4.3.3 fejezetben) ismertetett módon, az MH-modellen alapuló MBDE eljárással végeztem, a modellben két irreverzibilis mágnesezési tagot feltételezve (14). A dekompozíciós adatkiértékelési eljárás lehetőséget adott arra, hogy a LDSS acél mintákban jelen lévő két ferromágneses tulajdonságú fázis (ferrit, martenzit) mágnesezési görbéit és relatív arányukat számítással meghatározzam, vagyis a minta tömbi mágneses tulajdonságaiból a felépítő szövetelemek mágneses tulajdonságaira következtessek.

$$\frac{M(H)}{M_0} = M_{irrev1} + M_{irrev2} + M_{rev}$$

$$\frac{M(H)}{M_0} = M_{ferrit} + M_{martenzit} + M_{rev}$$
(14)

A 6.40 ábra a ferromágneses alakítási martenzit fázis számítással meghatározott relatív mennyiségét, a 6.41 ábra pedig a ferrit és a martenzit fázisok koercitív terének változását mutatja a képlékeny alakítottság mértékének függvényében. A matrenzit fázis mennyiségének számítása során feltételeztem, hogy a ferrit mennyiségét a képlékeny alakítás nem befolyásolja, így annak mennyisége, az alakítottságtól függetlenül, a kiindulási 79,6%.

dc\_839\_14



**6.40 ábra** Az α'-martenzit fázis mennyiségének alakulása a képlékeny alakváltozás mértékének függvényében.

Megfigyelhető, hogy a ferromágneses α'-martenzit fázis mintegy 30%-os képlékeny alakítást követően jelenik meg az ötvözetben, ez alatt a kiértékelési eljárás nem adott értékelhető mennyiségű martenzitet. Ez a megfigyelés összhangban van azzal az irodalmi közléssel, hogy kismértékű képlékeny alakítás esetén elsősorban a paramágnes ε-martenzit kialakulása valószínű [119], [120].

30%-os alakítottság fölött a kimutatott  $\alpha$ '-martenzit mennyisége monoton, közel lineárisan növekszik egészen 19,6% értékig, ami meglehetősen közel esik az ausztenit mennyiségének kiindulási 20,4%-os értékéhez, azaz megállapítható, hogy az alkalmazott legnagyobb képlékeny alakítás (80%) hatására közel a teljes ausztenit fázis ferromágneses tulajdonságú  $\alpha$ '-martenzitté transzformálódott. A kiértékelési eljárás módot adott a ferrit és martenzit fázisok telítési polarizációjának számítására ezek rendre 0,942 T és 0,911 T értékre adódtak.



**6.41 ábra** A ferrit és martenzit fázisok koercitív terének alakulása a képlékeny alakváltozás mértékének függvényében.

A martenzit fázis koercitív tere az alakítás mértékétől függetlennek tekinthető, nagysága 79,5 A/cm értékűre adódott. Azaz feltételezhetjük, hogy a kialakuló martenzit szerkezete nem változik a képlékeny alakítás során. Azonban, a ferrit fázis koercitív tere a kis alakváltozási tartományban (30% alatt) jelentős emelkedést mutat. Ebből arra következtettem, hogy kis képlékeny alakváltozás esetén a ferrit szemcsék jelentősen deformálódnak, diszlokáció-sűrűségük és így koercitív terük is növekszik.

Az AC magnetométeres mérések eredményei alapján meghatározott relatív differenciális permeabilitás görbéket és a maximális permeabilitás alakulását láthatjuk a képlékeny alakítottság mértékének függvényében a 6.42/a, illetve b. ábrákon. Az alakítás hatására a permeabilitás jelentősen csökken, ami a minták mechanikai és mágneses keményedésével, azaz a Vickers keménység és a koercitív tér növekedésével (6.43 ábra) összhangban van. A tömbi minta koercitív terének emelkedése kis alakváltozási tartományban (30% alatt) a ferrit keményedésével, ennél nagyobb alakítottság esetén pedig a kialakuló α'-martenzit hatásával magyarázható.



**6.42 ábra** Az alakított LDSS minták relatív differenciális permeabilitás görbéi (a) és a maximális permeabilitás alakulása (b) képlékeny alakítás hatására.

dc\_839\_14



**6.43 ábra** A LDSS minták keménységének és koercitív terének növekedése az alkalmazott hideghengerlés hatására.

Az alakított LDSS mintákon fázisanalízis céljából röntgen diffrakciós méréseket végeztem Siemens D500 XRD diffraktométer berendezéssel. Az alkalmazott beállítások; forrás: CrKα sugárzás (λ=0.22897 nm), gyorsítófeszültség 30 kV, áram: 20 mA. A méréseket "step scan mode"-ban végeztem, 5 másodpercenkét tett 0.025° lépésenkénti szögelfordulással. A diffraktogammokat 50-120° szögtartományban vettem fel.



**6.44 ábra** A kiindulási állapotú és a 80% alakítottságú LDSS mintán felvett röntgen diffrakciós spektrumok.
A 6.44 ábrán a kiindulási állapotú és a 80%-os alakítottságú minta röntgen diffraktogramját látjuk. A hengerelt minta spektrumában a  $\delta$ -ferrit és az  $\alpha$ '-martenzit fázisokhoz tartozó, átfedő csúcsok nem különböztethetőek meg. A kiindulási állapothoz tartozó spektrumban az ausztenit ( $\gamma$ ) fázishoz tartozó csúcs jól látható, a 80%-os alakítottságú minta spektrumából azonban ez a csúcs már hiányzik, illetve a kimutathatósági határ alatt van, vagyis megállapítható, hogy 80%-os mértékű képlékeny alakítás hatására az ausztenit teljes mennyisége  $\alpha$ '-martenzitté transzformálódott.

Az alakított LDSS acél minták DC mágnesezési görbéit a 3.3 fejezetben ismertetett DCmagnetométerrel is megmértem. Ez a magnetométer hasáb, illetve henger alakú minták mérésére alkalmas. Ezért a hengerléssel alakított mintákból a 6.45 ábrának megfelelő módon rétegezéssel a mérőkészülék adottságaihoz jól illeszkedő 20\*15\*15 mm méretű hasáb alakú mintákat készítettem.



**6.45 ábra** A DC magnetométeres méréshez illeszkedő minták kialakítása a hengerelt LDSS szalagokból.

A minták ciklikus lemágnesezését követően megmértem a első mágnesezési göbéiket (6.46 ábra). A DC magnetométerrel mód volt mintegy 2250 A/cm maximális gerjesztés alkalmazására, ami lehetővé tette a minták telítésig való mágnesezését. Látható, hogy a minták telítési polarizációja folyamatosan és jelentős mértékben növekedett a képlékeny alakítás hatására bekövetkező ausztenit→martenzit fázisátalakulás következtében.

Ismert, hogy az ötvözetek mágneses telítési polarizációja egyenesen arányos a bennük lévő rendezett szerkezetű (ferro-, illetve ferrimágneses) mágneses fázisok mennyiségével [78]. A két ferromágneses fázist, ferritet és martenzitet tartalmazó LDSS esetén a minta eredő mágneses polarizációja  $\mu_0 M_S^{\min ta}$  továbbá a  $\delta$ -ferrit  $\mu_0 M_S^{\delta}$  és a martenzit fázis  $\mu_0 M_S^{martenzit}$  polarizációja között a (15) összefüggés teremti meg a kapcsolatot, ahol  $R^{\delta}$ , illetve  $R^{martenzit}$  a ferrit , illetve a martenzit fázisok relatív mennyisége.

$$\mu_0 M_S^{\min ta} = R^\delta \mu_0 M_S^\delta + R^{martenzit} \mu_0 M_S^{martenzit}$$
(15)

Figyelembe véve, hogy kezdeti állapotban, az ötvözetben 20,4%  $\gamma$  és 79,6%  $\delta$  fázis található és a minta átlagos telítési polarizációja 0,752 T, továbbá 80% alakítottság esetén, 20,4%  $\alpha$ -martenzit és 79,6%  $\delta$ -ferrit található az ötvözetben és a telítési polarizáció 0,94 T. A (15) összefüggés alapján a martenzit mennyiségének meghatározásához a 6.47 ábrán látható kalibrációs görbét vettem fel, aminek felhasználásával kiszámítottam az alakított minták

telítési polarizáció értékeit (6.48 ábra). Kiszámítottam továbbá az α´-martenzit és a δ-ferrit telítési polarizációját, amelyek rendre 0,92 T, illetve 0,95 T értékűre adódtak.



**6.46 ábra** A hengerelt LDSS minták első mágnesezési görbéi. Megfigyelhető a telítési polarizáció növekedése az alakítási martenzit fázis mennyiségi növekedésének hatására.





dc\_839\_14



**6.48 ábra** Az α'-martenzit fázis mennyiségének alakulása a képlékeny alakváltozás mértékének függvényében. (DC-magnetométeres mérés alapján.)

Érdekes eredményt ad a Vickers-keménység vizsgálata a martenzit fázis mennyiségének függvényében (6.49 ábra). Látható, az első négy minta esetében (0, 10, 20, 30% alakítottság) a keménység meredeken növekszik közel zérus martenzit jelenléte mellett. Nagyobb alakítottság esetén a keménység és a martenzit fázis mennyisége lineáris kapcsolatot mutat. Ebből arra következtethetünk, hogy 30%-os alakítottság alatt a keménység növekedésének hátterében a ferrit alakváltozási keményedése áll. Az e fölötti (30%-80% közötti) alakváltozási tartományban a keménység növekedése az alakítási martenzit mennyiségének növekedésével magyarázható.



**6.49 ábra** A Vickers-keménység változása a martenzit fázis mennyiségének függvényében.

Hangsúlyozni kívánom, hogy az AC magnetométeres mérések adatai alapján az MH-modell felhasználásával végzett fázis dekompozíciós eljárással meghatározott α'-martenzit

fázisarány (6.40 ábra) és az előbbiektől független DC magnetométeres mérésekkel, a telítési polarizáció adataiból meghatározott α'-martenzit fázisarány (6.48 ábra) jó egyezést mutat. A kétféle, egymástól független méréssel, illetve kiértékeléssel kapott jól megegyező értékek igazolják az MH-modellre épülő dekompozíciós eljárás helyességét és alkalmazhatóságát vagyis validálják azt.

**6.2.3 fejezet összefoglalása** (Lean-duplex korrózióálló acél vizsgálataiból levonható következetések.)

A vizsgált lean-duplex korrózióálló acélra vonatkozóan a következő megállapításokat tettem:

Megállapítottam, hogy a ferromágnes tulajdonságú alakítási martenzit ( $\alpha$ '-martenzit) fázis 30%-os mértékű képlékeny alakítás fölött jelenik meg az ötvözetben. A 30%-os alakítottság fölött az  $\alpha$ '-martenzit mennyisége monoton növekszik egészen 19,6% értékig, aminek alapján megállapítható, hogy az alkalmazott legnagyobb mértékű (80%) képlékeny alakítás hatására az ötvözetben lévő közel teljes ausztenit fázis  $\alpha$ '-martenzit fázissá transzformálódik.

Az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárással meghatároztam a vizsgált lean-duplex korrózióálló acélban jelen lévő ferrit és α'-martenzit fázisok mágneses telítési polarizációját, ezek rendre 0,942 T és 0,911 T értékre adódtak.

Megállapítottam, hogy az ötvözet α'-martenzit fázisának koercitív tere az alakítás mértékétől függetlennek tekinthető, nagysága mintegy 79,5 A/cm értékűre adódott. Ennek alapján feltételeztem, hogy a kialakuló martenzit szerkezete nem változik a képlékeny alakítás során.

Az ötvözet ferrit fázisának koercitív tere azonban a relatíve kis alakváltozási tartományban (30% alatt) jelentős emelkedést mutat. Ebből arra következtettem, hogy a kis képlékeny alakváltozási tartományában, a képlékeny alakítás során, döntően a ferrit szemcsék deformálódnak, diszlokáció-sűrűségük és ezzel együtt koercitív terük is növekszik.

A Vickers-keménység és az  $\alpha$ '-martenzit fázis mennyiségének kapcsolata alapján megállapítottam, hogy 30%-os alakítottság alatt a keménység növekedésének hátterében döntően a ferrit alakváltozási keményedése áll. Az e fölötti (30%-80% közötti) alakváltozási tartományban a keménység növekedését az  $\alpha$ '-martenzit mennyiségi növekedésével magyaráztam.

Az MBDE eljárás alakított lean-duplex korrózióálló acél mintákra való alkalmazásának eredményei illusztrálják, hogy e kiértékelési eljárás segítségével számos olyan – a ferromágneses fázisok tulajdonságaira és relatív mennyiségükre vonatkozó – információt kaphatunk, ami a hagyományos szerkezetvizsgálati módszerekkel (metallográfia, SEM, EBSD) nyerhető eredményeket kiegészítheti. Így az MBDE eljárás alkalmazása hozzájárul a martenzites fázisátalakulási folyamat során történő változások nyomon követéséhez, illetve a folyamat kinetikájának jobb megismeréséhez.

## 7. ÖSSZEFOGLALÁS

Dolgozatomban összefoglaltam a mágneses mérések anyagvizsgálati alkalmazásaival kapcsolatos kutatásaim eredményeit. Munkám során az ötvözetek szerkezetében hőbevitel és/vagy képlékeny alakítás, illetve egyes igénybevételek hatására bekövetkező változások és anyag mágnes tulajdonságai közötti kapcsolatokat vizsgáltam és értelmeztem.

Eredményeim a mágnesezési görbék matematikai modellezéséhez, ennek alkalmazásához továbbá az egyes a vizsgálat tárgyát képező acélokban hőkezelés vagy képlékeny alakítás hatására lezajló fázisátalakulási folyamatokhoz, illetve erőművekben alkalmazott melegszilárd acélok leromlási folyamatainak vizsgálatához kapcsolódnak. Az eredmények, megítélésem szerint, hozzájárulhatnak a fenti fémtani folyamatok jobb megértéséhez, továbbá a melegszilárd acélok élettartamának pontosabb becsléséhez és így azok további biztonságos üzemeltetéséhez.

Dolgozatomban tárgyalt kutatásaim során az alábbi anyagminőségekkel foglalkoztam: 15Mo3, 10CrMo910, 12H1MF, 15H1MF, 1Cr-0,5Mo-0,25V (ASTM A193-B16) melegszilárd acélok, TRIP 700 szerkezeti acél, AISI 304 ausztenites korrózióálló acél, 2507 szuperduplex korrózióálló acél, V2101Mn lean-duplex korrózióálló acél.

Eredményeimet az alábbiakban hét témakörre bontva foglaltam össze.

### Mágnesezési görbék modellezése, és a kidolgozott modell alkalmazásai

[S17], [S20], [S11], [S14], [S18], [S55], [S10], [S45], [S19], [S81], [S9], [S15], [S57]

Kidolgoztam a többfázisú hiperbolikus mágnesezési görbe modellt (MH-modell) [S17], [S20], ami széleskörűen, előnyösen alkalmazható a roncsolásmentes anyagvizsgálatban. Elkészítettem a modell illesztéséhez szükséges szoftvert, működését számos mintán teszteltem, alkalmazhatóságát, érvényességét igazoltam [S11], [S14].

Kidolgoztam egy az MH-modellre épülő méréskiértékelési eljárást (MBDE) [S17], [S20], ami eltérő tulajdonságú *mágneses elemek*et tartalmazó szerkezetek esetén lehetővé teszi, a *mágneses elemek* mágnesezési görbéinek és azok relatív térfogatarányának meghatározását. (A mágneses elemek lehetnek; rendezett mágneses szerkezetű (ferro-, *illetve ferrimágneses tulajdonságú) fémtani fázisok, illetve szövetelemek vagy más esetben egy mágneses kör eltérő ferromágneses anyagból készült részei.*)

Eltérő mágneses tulajdonságú minták rétegezésével előállított modell mintasorozaton [S17], [S20], továbbá TRIP [S18], [S55] és lean-duplex korrózióálló acél [S10] mintasorozaton igazoltam, hogy a mágneses mérések eredményeiből az eltérő tulajdonságú ferromágneses fázisok, illetve szövetelemek relatív térfogataránya és azok egyedi mágneses tulajdonságai meghatározhatóak. E vizsgálatok eredményei igazolták az MH-modell alkalmazhatóságát és validálták azt.

Kidolgoztam egy, az MH-modellre alapuló mérés kiértékelési eljárást (MBDE), aminek segítségével a mérőfej geometriájától és anyagától, továbbá a mérőfej és a minta közötti légrés (lift-off) hatásától függetlenítve meghatározhatóak a vizsgált minta mágnesezési görbéi [S19], [S45], [S57].

Az MBDE eljárás alkalmazásának eredményei illusztrálják, hogy e kiértékelési eljárás segítségével számos olyan – a ferromágneses fázisok tulajdonságaira és relatív mennyiségükre vonatkozó – információt kaphatunk, ami a hagyományos szerkezetvizsgálati módszerekkel (metallográfia, SEM, EBSD) kapható eredményeket kiegészítheti. Így az MBDE eljárás alkalmazása hozzájárul a fázisátalakulási folyamatok során történő szerkezeti változások nyomon követéséhez, illetve a fémtani folyamatok kinetikájának jobb megismeréséhez.

Az MH-modellen alapuló dekompozíciós eljárás alkalmazhatósága igazolja, hogy a több, eltérő tulajdonságú mágneses elemet tartalmazó rendszerek, illetve ötvözetek esetén az azokat felépítő mágneses elemek mágnesezési görbéi a relatív térfogataránnyal súlyozva összegződnek és közöttük egyéb kölcsönhatást nem szükséges feltételeznünk, vagyis a több mágneses elemet tartalmazó szerkezetekre, illetve fémtani rendszerekre érvényes a szuperpozíció elve.

Az MH-modellt alkalmaztam hőfárasztott [S45], [S19], [S81], illetve, kúszatott mintákon [S9], [S15] méréssel meghatározott mágnesezési görbék kiértékelésére.

### Hőfáradási folyamatokból levonható következtetések

[S24], [S64], [S44], [S81], [S45], [S19], [S60], [S22], [S8], [S2]

15Mo3 típusú gyengén ötvözött, ferrit-perlites melegszilárd acélon végzett hőfárasztó vizsgálat (merev befogás, hőmérséklettartomány: 20-550 °C) eredményei alapján az alábbi megállapításokat tettem.

A hőfárasztási folyamat során a ciklusszám növekedésével három eltérő fémtani hátterű szakasz különíthető el. Az első, mintegy 300 ciklusban a koercitív tér csökkenése és a Barkhausen-zaj RMS értékének növekedése figyelhető meg, azaz ciklikus lágyulás következik be. Ezt követően, hozzávetőlegesen 300 és 1200 ciklus között a H<sub>c</sub> növekszik, amit a diszlokációk számának növekedésével, illetve ezek sorokba rendeződésével hoztam kapcsolatba. A ciklusszám további növekedésének hatására már létrejönnek a mikro-, illetve 1200 ciklusszám felett már a felületen is látható makroszkopikus repedések. Ez feszültség relaxációval jár és így növeli a Barkhausen-zaj RMS értékét és a koercitív tér csökkenését okozza [S24], [S64], [S44].

Igazoltam, hogy az MH-modell α<sub>1</sub> jelű illesztő paramétere alkalmas a hőfárasztó igénybevétel által okozott szerkezeti változások jellemzésére [S81], [S45], [S19]. Az α<sub>1</sub> jelű paraméter meghatározása nem teszi szükségessé a mért minta mágnes telítését, azaz relatíve kis gerjesztéssel végzett mérések eredményeiből a leromlási folyamat követésére alkalmas szerkezetérzékeny jellemző származtatható. Alkalmazása elsősorban az ipari körülmények között a mérendő minta felületére helyezett mérőfejjel végzett mérések során előnyös. Ezzel olyan roncsolásmentesen végezhető mérési és kiértékelési eljárás alapját fejlesztettem ki, ami alkalmas, – akár ipari körülmények közötti – mérések végzésére a melegszilárd acélok kúszási károsodásának nyomon követésére, illetve azok maradék élettartam becslésének pontosabbá tételére.

Megállapítottam, hogy az eredetileg mágnesesen izotróp 15Mo3 típusú melegszilárd acélban a hőfárasztó igénybevétel olyan szerkezeti változásokat okoz, ami mágneses anizotrópiát

indukál, aminek értéke a fárasztó ciklusok számának növekedésével növekszik [S60], [S22], [S8].

Kidolgoztam az adaptív nemlineáris felharmonikusok mérési eljárást (ANLH) és alkalmaztam hőfárasztó igénybevételnek (merev befogás, hőmérséklettartomány: 200-550 °C) kitett 10CrMo910, 12H1MF, 15H1MF melegszilárd acél mintákra. Igazoltam, hogy az ANLH eljárás lehetőséget ad a szerkezeti változások nagy érzékenységű detektálására. Megállapítottam továbbá, hogy a hőfárasztás által okozott szerkezeti változások hatására az 5. és 7. felharmonikusok relatív fázisszögei monoton növekednek. A degradáció mértékének jellemzésére elsősorban az 5. felharmonikus relatív fázisszögét találtam alkalmasnak. A mérés során kiválasztott ideális gerjesztési szint alkalmazásával (1000 fárasztó ciklus hatására) az 5. felharmonikus relatív fázisszögei rendre 77%, 65%, 47%-ot növekedtek a 10CrMo910, 15H1MF, 12H1MF típusú melegszilárd acélok esetén [S2].

Megítélésem szerint a kapott eredménynek jól hasznosíthatóak a növelt hőmérsékleten üzemelő melegszilárd acélok tönkremeneteli folyamatainak vizsgálata során.

### Kúszási folyamatokból levonható következtetések

[S44], [S64], [S8], [S15], [S9]

15Mo3 típusú acél 550 °C hőmérsékleten, 65 MPa terhelőfeszültséggel továbbá 1Cr-0,5Mo-0,25V (ASTM A193-B16) típusú acélon 650 °C hőmérsékleten, 25 MPa terhelőfeszültséggel végzett kúszatási kísérleteim során az alábbi megállapításokat tettem.

A kúszási igénybevétel a 15Mo3 típusú minták esetén a folyamat első 600 órája során, az 1Cr-0,5Mo-0,25V acél esetén a teljes kúszási idő alatt a minták koercitív terének csökkenését okozza, azaz mágneses lágyulási jelenség jön létre, amit a diszlokációs szerkezet változásával magyaráztam. A kúszási folyamat során ugyanis a diszlokációk a szemcsék belsejéből a szemcsehatár felé mozognak, aminek révén, a szemcsén belüli mágneses doménfal mozgás könnyebbé válik.

Bevezettem egy új szerkezetérzékeny mágneses jellemzőt (Θ) a kúszási folyamat által okozott leromlás jellemzésére, aminek meghatározása kisteres mágneses mérések eredményei alapján az MH-modell alkalmazásával történik. Igazoltam, hogy a Θ értéke szoros lineáris korrelációt mutat a telítési mágnesezési görbéből meghatározható koercitív tér értékével.

A Θ értékének meghatározásához szükséges mérések mágnesező jármot tartalmazó hordozható mérőfejjel elvégezhetőek mivel nem szükséges a vizsgált minta telítésig való mágnesezése. Ezzel olyan roncsolásmentesen végezhető mérési és kiértékelési eljárás alapját fejlesztettem ki, ami alkalmas, – akár ipari körülmények közötti – mérések végzésére a melegszilárd acélok kúszási károsodásának nyomon követésére, illetve azok maradék élettartam becslésének pontosabbá tételére.

### TRIP acél fázisátalakulási folyamatából levonható következtetések

[S18], [S55], [S6]

A többfázisú hiperbolikus (MH) modellre alapuló kiértékelési eljárással meghatároztam a képlékenyen alakított TRIP acél mintákban a jelen lévő három ferromágneses tulajdonságú szövetelem (ferrit, bénit, martenzit) mágnesezési görbéit és relatív térfogat arányukat, azaz a minta tömbi mágneses tulajdonságaiból a felépítő szövetelemek mágneses tulajdonságaira következtettem.

EBSD vizsgálattal megmértem a martenzit fázis mennyiségét az alakított TRIP acél mintasorozat minden tagján. Megállapítottam, hogy a martenzit fázis mennyiségére vonatkozó eredmények jó egyezést mutatnak az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárással meghatározott értékekkel. Így az alakított TRIP acél mintákat modellanyagként használva EBSD vizsgálatok segítségével sikeresen validáltam az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárást.

Az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárás eredményei alapján megállapítottam, hogy a TRIP 700 típusú acél képlékeny hidegalakítása során az ausztenit→martenzit fázisátalakulás folyamatos. A keletkező martenzit fázis mennyisége monoton növekszik a legnagyobb alkalmazott (28,3%-os) alakítási mértékig, ahol mennyisége eléri a mintegy 6 tf% értéket. Meghatároztam az egyes szövetelemek koercitív terének képlékeny alakítás során történő változását. Megállapítottam, hogy a bénit és a martenzit koercitív tere az alakítottság növekedésével nem változik, átlagos koercitív terük rendre mintegy 926, illetve 1222 A/m értékűre adódott. Megállapítottam továbbá, hogy a ferrit fázis koercitív tere monoton növekedést mutat, s a kezdeti 223 A/m értékről az alakítás hatására mintegy 750 A/m-re emelkedik. Ezt a ferrit fázis képlékeny alakváltozásával magyaráztam, ami részben a külső terhelő feszültség, másrészt az ausztenit→martenzit fázisátalakulás során bekövetkező térfogat növekedés által a ferrit szemcsékre gyakorolt nyomófeszültség eredménye. A képlékeny alakítás hatására bekövetkező keménység növekedés oka kettős, egyrészt a ferrit fázis keménységének növekedése másrészt a martenzit fázis megjelenése, illetve mennyiségének növekedése. [S18], [S55], [S6]

### Ausztenites korrózióálló acél fázisátalakulási folyamatából levonható következtetések

[S34], [S39], [S26], [S48], [S36], [S62], [S70]

Az AISI 304 típusú ausztenites korrózióálló acélban képlékeny alakítás és hőkezelés hatására történő fázisátalakulások vizsgálata során az alábbi megállapításokat tettem.

Megállapítottam, hogy a hideghengerléssel alakított minták  $\alpha$ '-martenzit tartalma és Vickers keménysége monoton növekedést mutat az alakítottság növekedése során, az  $\alpha$ '-martenzit tartalom 69 tf% értékig növekszik. A hengerlés során az  $\alpha$ '-martenzit tartalom már a kezdeti, azaz legkisebb alakváltozástól növekedést mutat, és közel egyenletesen növekszik a teljes képlékeny alakítási tartományban.

Megállapítottam, hogy az egytengelyű húzó igénybevétel által létrehozott képlékeny hidegalakítás hatására a ferromágneses fázis mennyiségének növekedése csak 20%-nál nagyobb mértékű alakváltozás esetén indul meg, mennyisége az alakítás mértékének

növekedésével folyamatosan emelkedő meredekséggel növekszik egészen 12 tf% értékig. Ezt a jelenséget a  $\gamma \rightarrow \alpha'$  fázisátalakulás során bekövetkező fajtérfogat növekedéssel magyaráztam. A martenzit fázis térfogat növekedése ugyanis a szomszédos ausztenit szemcsékre azok folyáshatáránál nagyobb nyomófeszültséget gyakorol, ami pozitív visszacsatolásként növeli a martenzites fázisátalakulás sebességét.

A megnyújtással és a hengerléssel végzett kísérletek eredményeinek összevetéséből azt a következtetést vontam le, hogy a keménység növekedésének hátterében két eltérő fémtani folyamat, a diszlokáció-sűrűség növekedése és az α'-martenzit mennyiségének növekedése áll. E két keménység, illetve szilárdság növelő mechanizmus a kialakult martenzit tartalom függvényében elkülöníthető. Mindkét vizsgált képlékeny alakítási mód esetén megállapítható, hogy mintegy 12 tf% α'-martenzit tartalomig a keménység, illetve szilárdság növekedését elsősorban az ausztenit képlékeny alakváltozása következtében történő diszlokáció-sűrűség növekedése okozza. 12 tf% α'-martenzit tartalom fölött azonban a keménység további növekedését döntően az α'-martenzit mennyiségének emelkedése eredményezi.

Megállapítottam, hogy a hengerlés által létrehozott komplex képlékeny alakváltozás lényegesen nagyobb mennyiségű  $\alpha$ '-martenzit fázist hoz létre, mint az egytengelyű húzó igénybevétel. Hengerléssel 69 tf%, megnyújtással maximálisan 12 tf%  $\alpha$ '-martenzit jött létre a kísérleteim során. Azonos mértékű, 40%-os képlékeny alakítás hengerlés esetén 40 tf%, megnyújtás esetén 16 tf%  $\alpha$ '-martenzit kialakulását eredményezte.

Megállapítottam, hogy az egységesen 47,8% mértékben hideghengerléssel alakított, majd izotermikusan 30 percig hőkezelt ausztenites ötvözetben az α'-martenzit ausztenitté történő visszaalakulása és a keménység csökkenése eltérő hőmérséklet tartományban megy végbe. A keménység csökkenése 550 °C hőmérsékleten indul és 1000 °C-on fejeződik be, amíg a martenzit visszaalakulása az 500-800 °C hőmérséklet tartományban történik. E jelenséget a visszaalakult ausztenit szemcsék nagy diszlokáció-sűrűségével és bennük található nagy mennyiségű ikersík és illeszkedési hiba szilárdságnövelő hatásával, másrészt a hőkezelés során 500 °C hőmérséklet fölött létrejövő karbid szemcsék diszlokáció mozgást nehezítő hatásával magyaráztam.

#### Szuperduplex korrózióálló acél fázisátakulási folyamatából levonható következtetések

[S5], [S30], [S16], [S33], [S7], [S52], [S65], [S37], [S59], [S95], [S92], [S46], [S74], [S73]

2507 típusú szuperduplex korrózióálló acél (SDSS) mintákon négy kísérletsorozatban végzett vizsgálataim alapján az alábbi megállapításokat tettem.

60 perces izotermikus hőkezelés során a ferrit eutektoidos bomlási folyamata 500 °C hőmérsékleten kezdődik intenzívvé azonban csak 700 °C felett válik. A diffúziós fázisátalakulás legnagyobb sebességgel 800 °C hőmérsékleten zajlik, ami megfelel az izotermikus átalakulási diagram orrpontjának. A ferrit fázis mennyiségi csökkenése a keménység növekedésével jár együtt, amit a  $\delta \rightarrow \gamma' + \sigma$  fázisátalakulás (delta-ferrit szekunder ausztenitté és szigma-fázissá történő bomlása) kinetikájával magyaráztam. A ferrit dekompozíciója ugyanis az ausztenit-ferrit szemcsehatárokon indul, a ferrit rovására növekedő szekunder ausztenit szemcsék belsejében diszperz eloszlású, apró  $\sigma$ -fázis

kiválások keletkeznek, amelyek a szekunder ausztenit szemcsék és így az ötvözet keménységét nagymértékben növelik. A 700 és 900 °C hőmérsékleten hőkezelt mintákon elvégzett EBSD vizsgálatok fázistérképei alátámasztják a ferrit bomlási folyamatának kinetikáját. [S30], [S33], [S37], [S65], [S16]

A 720-900°C hőmérséklet tartományban egységesen 20 percig izotermikusan hőkezelt SDSS minták mágneses telítési polarizáció értékei alapján meghatároztam a ferrit termikusan aktivált bomlási folyamatának aktiválási energiáját, ami 177 kJ/mol értékre adódott. [S5]

Megállapítottam, hogy még a nagymértékű képlékeny hidegalakítás (85%-os mértékű képlékeny hideghengerlés) sem okozza a mágneses telítési polarizáció növekedését a vizsgált SDSS ötvözetben, azaz nem hoz létre alakítási martenzit fázist, tehát a vizsgált SDSS ötvözet ausztenit fázisa stabilis. A vizsgált ötvözet ausztenit fázisának stabilitását indokolja annak nagy (47,2 mJ/m<sup>2</sup>) rétegződési hiba energiája. [S7], [S52]

Az előzetesen eltérő mértékben hidegen hengerelt és egységesen 40 perc időtartamú 900 °C hőmérsékletű izotermikus hőkezelésnek alávetett SDSS minták mágneses telítési polarizáció értékei alapján megállapítottam, hogy a hőkezelést megelőző képlékeny hidegalakítás gyorsítja a ferrit termikus bomlási folyamatát, illetve a szigma-fázis precipitációját. [S7], [S52]

Kismértékű alakítottság már jelentős mértékben gyorsítja a ferrit bomlását, azonban az alakítottság további növekedése már egyre kevésbé befolyásolja a bomlási folyamat sebességét. A rendelkezésre álló eredmények alapján arra következtettem, hogy a 65%-nál nagyobb mértékű alakítás már nem jár a ferrit bomlási sebességének további növekedésével. [S7], [S52]

Az előzetes képlékeny alakításnak a ferrit termikus bomlási sebességére gyakorolt hatását az alakítás hatására az ausztenit szemcsék belsejében létrejövő ikerhatárok és illeszkedési hibák sűrűségének növekedésével magyaráztam. Az említett felületszerű rácshibák hatása kettős. Egyrészt azok metszésvonalai, kristálycsíraként szolgálnak, elősegítik a szigma-fázis nukleációját, másrészt a szigma-fázis létrejöttéhez szükséges króm és molibdén diffúziója gyorsabb a felületszerű hibák mentén. [S7], [S52]

#### Lean-duplex korrózióálló acél fázisátakulási folyamatából levonható következtetések

[S4], [S7] [S10], [S12], [S13], [S50], [S51], [S52], [S53], [S54]

A vizsgált V2101Mn típusú lean-duplex korrózióálló acélra vonatkozóan az alábbi megállapításokat tettem.

A ferromágnes tulajdonságú alakítási martenzit (α'-martenzit) fázis 30%-os mértékű képlékeny alakítás fölött jelenik meg az ötvözetben. 30%-os alakítottság fölött az α'-martenzit mennyisége monoton növekszik egészen 19,6% értékig, aminek alapján megállapítható, hogy az alkalmazott legnagyobb mértékű (80%) képlékeny alakítás hatására az ötvözetben lévő közel teljes ausztenit fázis α'-martenzit fázissá transzformálódik.

Az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárással meghatároztam a vizsgált lean-duplex korrózióálló acélban jelen lévő ferrit és α'-martenzit fázisok mágneses telítési polarizációját, ezek rendre 0,942 T és 0,911 T értékre adódtak.

Megállapítottam, hogy az ötvözet α'-martenzit fázisának koercitív tere az alakítás mértékétől függetlennek tekinthető, nagysága 79,5 A/cm értékűre adódott. Ennek alapján feltételeztem, hogy a kialakuló martenzit szerkezete nem változik a képlékeny alakítás során.

Az ötvözet ferrit fázisának koercitív tere a relatíve kis alakváltozási tartományban (30% alatt) jelentős emelkedést mutat. Ebből arra következtettem, hogy ebben az alakváltozási tartományban a képlékeny alakítás során döntően a ferrit szemcsék deformálódnak, diszlokáció-sűrűségük és ezzel együtt koercitív terük is növekszik.

A Vickers-keménység és az  $\alpha$ '-martenzit fázis mennyiségének kapcsolata alapján megállapítottam, hogy 30%-os alakítottság alatt a keménység növekedésének hátterében döntően a ferrit alakváltozási keményedése áll. Az e fölötti (30%-80% közötti) alakváltozási tartományban a keménység növekedését az  $\alpha$ '-martenzit mennyiségi növekedésével magyaráztam.

## 8. TÉZISEK

A ferro- illetve ferrimágneses anyagok mágnesezési görbéinek matematikai modellezése, a kidolgozott modell alkalmazása valamint, TRIP, ausztenites, szuperduplex és lean-duplex korrózióálló acélokban képlékeny alakítás és/vagy hőkezelés hatására lezajló fázisátalakulási folyamatok, továbbá egyes erőművekben alkalmazott melegszilárd acélok leromlási folyamatainak vizsgálatai során új tudományos eredményekre jutottam. A vizsgálat tárgyát képező acélok mágneses tulajdonságainak mérésével nyert jelentős mennyiségű adat, szerkezeti jellemzőik továbbá egyes mechanikai tulajdonságaik kapcsolatának kiértékelése és értelmezése alapján születtek az alábbi tézisek.

### 1. Tézis

A ferro-, illetve ferrimágneses anyagok mágnesezési görbéinek leírására kidolgoztam a többfázisú hiperbolikus modellt (MH-modell), ami a mágnesezési görbéket tangens hiperbolikusz függvények lineáris kombinációjaként állítja elő. A modell előnyösen alkalmazható a mágneses roncsolásmentes anyagvizsgálatban.

Kidolgoztam egy, az MH-modellre épülő kiértékelési eljárást, ami eltérő tulajdonságú *mágneses elemeket*\* tartalmazó szerkezetek esetén lehetővé teszi a felépítő *mágneses elemek* mágnesezési görbéinek és azok relatív térfogatarányának meghatározását.

Eltérő mágneses tulajdonságú minták rétegezésével előállított modell mintasorozaton, továbbá TRIP és lean-duplex korrózióálló acél mintasorozaton – mint modellanyagokon – igazoltam, hogy a mágneses mérések eredményeiből a ferro- vagy ferrimágneses fázisok, illetve szövetelemek relatív térfogataránya és azok egyedi mágneses tulajdonságai meghatározhatóak. E vizsgálatok eredményei igazolták az MH-modellből számított eredmények helyességét, a modell alkalmazhatóságát, azaz validálták azt. [S17], [S20], [S11], [S14], [S18], [S55], [S10]

\*A mágneses elemek lehetnek; rendezett mágneses szerkezetű (ferro-, illetve ferrimágneses tulajdonságú) fémtani fázisok, illetve szövetelemek vagy más esetben egy mágneses kör eltérő ferromágneses anyagból készült részei.

## 2. Tézis

Kidolgoztam egy, az MH-modellre alapuló méréskiértékelési eljárást, aminek segítségével a mérőfej geometriájától, anyagától továbbá a mérőfej és a minta közötti légrés (lift-off) nagyságától függetlenítve meghatározhatóak a vizsgált minta mágneses tulajdonságai. [S45], [S19], [S57], [S81]

### 3. Tézis

Az MH-modell alapján új szerkezetérzékeny mágneses jellemzőket vezettem be a hőfárasztó (α<sub>1</sub>) és a kúszási (Θ) igénybevétel által okozott szerkezeti változások jellemzésére. E jellemzők meghatározása nem teszi szükségessé a mért minta mágneses telítését. Alkalmazásuk elsősorban az ipari körülmények között, a mérendő minta felületére helyezett

mérőfejjel végzett mágneses roncsolásmentes vizsgálatok során előnyös. [S9], [S15], [S45], [S81]

### 4. Tézis

15Mo3 típusú ferrit-perlites melegszilárd acélon végzett mágneses vizsgálatok eredményei alapján megállapítottam, hogy a hőfáradási folyamat (merev befogás, hőmérséklettartomány 20-550 °C) során a ciklusszám növekedésével három eltérő fémtani hátterű folyamat különíthető el. Az első, mintegy 300 ciklus során a koercitív tér (H<sub>c</sub>) csökken, azaz ciklikus lágyulás történik. 300 és 1200 ciklus között a diszlokáció sűrűség növekedése és a szubszemcsék méretének csökkenése miatt a H<sub>c</sub> növekszik, majd e fölött – a repedések keletkezésével egyidőben – ismét csökken.

Mérésekkel igazoltam, hogy az eredetileg mágnesesen közel izotróp 15Mo3 típusú acélban a hőfárasztó igénybevétel által okozott szerkezeti változások mágneses anizotrópiát indukálnak, aminek értéke a fárasztó ciklusok számával növekszik. [S24], [S64], [S44], [S45], [S60], [S22], [S81], [S8]

### 5. Tézis

15Mo3 típusú acél 550 °C hőmérsékleten, 65 MPa terhelőfeszültséggel, továbbá 1Cr-0,5Mo-0,25V (ASTM A193-B16) típusú acél 650 °C hőmérsékleten, 25 MPa terhelőfeszültséggel végzett kúszatási kísérletei alapján az alábbi következtetésekre jutottam.

A kúszási igénybevétel a 15Mo3 típusú minták esetén a folyamat első 600 órája során, az 1Cr-0,5Mo-0,25V acél esetén a teljes kúszási idő alatt a minták koercitív terének csökkenését okozza, azaz mágneses lágyulási jelenség jön létre. A kúszási folyamat során ugyanis a diszlokációk a szemcsehatár felé mozognak, így a szemcsén belüli diszlokáció sűrűség csökken, ami a mágneses doménfal mozgást könnyebbé teszi. [S9], [S15], [S44], [S45]

#### 6. Tézis

A többfázisú hiperbolikus (MH) modellre alapuló kiértékelési eljárás alkalmasnak bizonyult a képlékenyen alakított TRIP 700 típusú acél mintában a jelen lévő három ferromágneses tulajdonságú szövetelem (ferrit, bénit, martenzit) koercitív terének és relatív térfogat arányának meghatározására.

Mágneses méréseim eredményei alapján megállapítottam, hogy a vizsgált TRIP acél képlékeny hidegalakítása során az ausztenit→martenzit fázisátalakulás folyamatos. A keletkező martenzit fázis mennyisége monoton növekszik a legnagyobb alkalmazott (28,3%-os) alakítási mértékig, ahol mennyisége eléri a mintegy 6 tf% értéket.

A bénit és a martenzit koercitív tere az alakítottság növekedésével nem változik, átlagos koercitív terük rendre mintegy 926, illetve 1222 A/m értékűre adódott, azonban a ferrit fázis koercitív tere monoton növekedést mutat, a kezdeti 223 A/m értékről – 28,3% mértékű képlékeny alakítás hatására – mintegy 750 A/m-re emelkedik. Ezt a ferrit fázis képlékeny

alakváltozása magyarázza, amit egyrészt a külső terhelő feszültség, másrészt az ausztenit→martenzit fázisátalakulás során bekövetkező térfogat növekedés által a ferrit szemcsékre gyakorolt nyomófeszültség eredményez. [S18], [S55], [S6]

### 7. Tézis

Az AISI 304 típusú ausztenites korrózióálló acél mágneses vizsgálatai során kapott eredmények alapján megállapítottam, hogy;

a, Egytengelyű húzó igénybevétel hatására az α'-martenzit fázis keletkezése 20%-os mértékű képlékeny hidegalakítás hatására indul meg, mennyisége az alakítás mértékének növekedésével folyamatosan emelkedő meredekséggel növekszik, amit az ausztenit→α'martenzit fázisátalakulás során bekövetkező fajtérfogat növekedés magyaráz.

A hengerlés által létrehozott komplex képlékeny alakváltozás – azonos mértékű alakítottság esetén – lényegesen nagyobb mennyiségű α'-martenzit fázist hoz létre, mint az egytengelyű húzó igénybevétel a vizsgált acélban.

A kialakult martenzit tartalom függvényében két keménység növelő mechanizmus különíthető el. A keménység növekedését 12 tf%  $\alpha$ '-martenzit tartalomig elsősorban az ausztenit diszlokáció-sűrűségének emelkedése, ezt meghaladó martenzit tartalom esetén döntően az  $\alpha$ '-martenzit mennyiségének növekedése okozza. [S34], [S39], [S48], [S62], [S70], [S36], [S26]

b. A 47,8% mértékű hideghengerlés által létrehozott α'-martenzit fázis 30 perces izotermikus hőkezelés hatására történő visszaalakulása ausztenitté és a keménység csökkenése eltérő hőmérséklet tartományban történik, amit a visszaalakult ausztenit szemcsékben lévő nagyszámú diszlokáció, ikersík és illeszkedési hiba, valamint a hőkezelés során létrejövő karbid szemcsék diszlokáció mozgást nehezítő hatása magyaráz. [S34], [S39], [S48], [S36]

### 8. Tézis

A 2507 típusú szuperduplex korrózióálló acél (SDSS) mágneses vizsgálatai során kapott eredmények alapján megállapítottam, hogy;

a. 60 perc időtartamú izotermikus hőkezelés során a ferrit eutektoidos bomlási folyamata 500 °C hőmérsékleten kezdődik, 700 °C-on válik intenzívvé, legnagyobb sebességgel 800 °C hőmérsékleten zajlik. A ferrit fázis mennyiségi csökkenése a keménység növekedésével jár együtt, amit a delta-ferrit szekunder ausztenitté és szigma-fázissá történő bomlási folyamata (δ→γ'+σ) magyaráz. A ferrit rovására növekedő szekunder ausztenit szemcsék belsejében ugyanis diszperz eloszlású σ-fázis kiválások keletkeznek, amelyek annak keménységét nagymértékben növelik.

A vizsgált SDSS ötvözet mágneses telítési polarizációjának értéke (átlagosan 0,397 T) független a képlékeny hidegalakítás mértékétől a 0-85% alakítottsági tartományban, azaz az ötvözet ausztenit fázisa stabilis, amit annak nagy (47,2 mJ/m<sup>2</sup>) rétegződési hiba

energiája is alátámaszt. [S30], [S5], [S16], [S33], [S7], [S52], [S65], [S37], [S59], [S95], [S46], [S73], [S74], [S92]

b. Az eltérő mértékben hidegen hengerelt és egységesen 40 perc időtartamú 900 °C hőmérsékletű izotermikus hőkezelésnek alávetett SDSS acélban a hőkezelést megelőző képlékeny hidegalakítás gyorsítja a ferrit termikus bomlási folyamatát, azonban a 65%-ot meghaladó mértékű alakítás már nem jár a ferrit bomlási sebességének további növekedésével.

Az előzetes képlékeny alakításnak a ferrit termikus bomlási sebességére, illetve a szigmafázis precipitációjára gyakorolt hatását az ausztenit szemcsék belsejében a képlékeny alakítás hatására létrejövő ikerhatárok és illeszkedési hibák sűrűségének növekedése okozza. [S7], [S52], [S92]

### 9. tézis

A V2101Mn típusú lean-duplex korrózióálló acél mágneses vizsgálatai során megállapítottam, hogy a hideghengerlés hatására történő martenzites fázisátalakulási folyamatban a ferromágneses tulajdonságú α'-martenzit fázis 30%-os mértékű képlékeny alakítás hatására jelenik meg, a további alakítás során mennyisége monoton növekszik. 80%-os mértékű képlékeny alakítás hatására az ausztenit közel teljes mértékben α'-martenzit fázissá transzformálódik.

Az MH-modellre alapuló kiértékelési eljárással meghatároztam a ferrit és α'-martenzit fázisok mágneses telítési polarizációját, amelyek rendre 0,942 T és 0,911 T értékűnek adódtak.

Az ötvözet ferrit fázisának – az MH-modell alapján meghatározott – koercitív tere a relatíve kis alakváltozási tartományban (30% alatt) jelentős emelkedést mutat, vagyis e tartományban a ferrit szemcsék deformálódnak, diszlokáció-sűrűségük és ezzel együtt koercitív terük is növekszik.

A Vickers-keménység és az – MH-modell alapján meghatározott –  $\alpha$ '-martenzit mennyiségének kapcsolata alapján megállapítottam, hogy 30%-os mértékű alakítottság alatt a keménység növekedését döntően a ferrit alakváltozási keményedése, e fölött (30%-80%) az  $\alpha$ '-martenzit mennyiségi növekedése okozza. [S4], [S7] [S10], [S12], [S13], [S50], [S51], [S52], [S53], [S54]

## 9. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A dolgozatomban összefoglalt kutatómunka kapcsán köszönettel tartozom számos tanáromnak, kollégámnak, munkatársamnak és családtagomnak.

Köszönetemet fejezem ki, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszékének, hogy hosszú éveken keresztül lehetőséget biztosított munkám végzéséhez.

Megkülönböztetett köszönet illeti Ginsztler János akadémikust, hogy folyamatosan követte, mindenben támogatta és segítette kutatómunkámat.

A BME Anyagtudomány és Technológia Tanszéke volt tanszékvezetőjének Dévényi Lászlónak köszönöm a kutatás iránt tanúsított figyelmét, segítségét és támogatását.

Köszönöm az együttműködését Szabó Péter János tanszékvezető úrnak, akivel az elektronmikroszkópos és mikroszerkezeti vizsgálatok kapcsán dolgoztam együtt.

Megköszönöm a mágneses adaptív teszt vizsgálatokhoz kapcsolódó közös munkát Vértesy Gábornak (MTA TTK Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézet).

Köszönet illeti Takács Jenőt a University of Oxford nyugállományba vonult professzorát, a mágnesezési folyamatok modellezése kapcsán folytatott konzultációkért, a közösen végzett kutatómunkáért és barátságáért.

Köszönettel tartozom Irene Calliarinak a Universita degli Studi di Padova docensének, hogy lehetővé tette, hogy a padovai egyetemen végezzem kutatási munkám egy részét.

Köszönöm számos további – itt név szerint meg nem említett – hazai és külföldi kollégámnak, akik konzultációval, mérési lehetőség biztosításával és közös kutatómunkával hozzájárultak munkám sikeréhez.

Köszönöm szüleimnek, családomnak, hogy motiváltak és támogattak, amivel hozzásegítettek a dolgozatban összefoglalt eredmények eléréséhez.



#### 10. HIVATKOZOTT IRODALOM

- [1] J. Ginsztler: Mechanical Behaviour of Materials at High Temperature, NATO ASI Series. Vol. 15. Ed. by: C.M.Branco pp. 419-430. Kluwer Academic Publishers (Dordrecht, Boston, London), 1989.
- [2] Tóth László, Serge Crutzen: Roncsolásmentes vizsgálatok, azok megbízhatósága és következményei, Roncsolásmentes Vizsgálati Módszerek, Miskolc Petten, 1999.
- [3] Verő József: Vas- és fémipari anyagvizsgálat, Tankönyvkiadó (Budapest) 1951.
- [4] J. Bressers: Creep and fatigue in high temperature alloys, London, Applied Science Publ. 1981.
- [5] Gordon W. Powell et al.: ASM Handbook, Volume 11., Failure analysis and prevention., 1991-1998
- [6] Kassner M.E.; Hayes T.A.: Creep cavitation in metals, International Journal of Plasticity, Volume 19, Number 10, October 2003, pp. 1715-1748
- [7] Baldwin, E.E., Sokol G.J., Coffin L.F.: Cycling strain fatigue studies on AISI Type 347 stainless steel, Trans. ASTM Vol. 57. 1957, pp. 567-586
- [8] J. Ginsztler, R.P. Skelton: Component reliability under creep-fatigue conditions,1998. pp. 1-242, CISM (Udine), Springer Verlag (Wien, New-York)
- [9] R.P. Skelton: High temperature fatigue: Properties and Predicition, 1987
- [10] S. W. Nam, S. C. Lee, J.M. Lee: The effect of creep cavitation on the fatigue life under creep-fatigue interaction, 1995, Nuclear Engineering and Design, pp 213-221
- [11] C.Y. Jeong, S.W. Nam, J. Ginsztler: Activation processes of stress relaxation during hold time in 1Cr-Mo-V steel, 1998, Materials Sience and Engineering, p 188
- [12] J. Ginsztler: Alapanyagok és hegesztett kötések kisciklusú hőfárasztási módszerei, Gép című folyóirat, 1975.
- [13] H.S. Avery: Discussion of cycling Temperature Acceleration of Strain in Heatresisting Alloys, Trans. of the ASME, Vol. 30., 1942, pp 1130-1133
- [14] D. A. Spera, D. F. Mowbray: Thermal fatigue of materials and components, 1975
- [15] Gillemot László: Anyagszerkezettan és anyagvizsgálat, Tankönyvkiadó, Budapest 1988.
- [16] Prohászka János: A fémek és ötvözetek mechanikai tulajdonságai, Műegyetemi kiadó, 2001
- [17] Verő József, Káldor Mihály: Fémtan, Tankönyvkiadó, Budapest 1977
- [18] Káldor Mihály: Fizikai metallurgia, Műszaki könyvkiadó, Budapest 1990
- [19] Gácsi Zoltán, Mertinger Valéria: Fémtan, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 2000
- [20] Roósz András: Fémtan I., Miskolci Egyetem, 2011
- [21] Kaptay György: Anyagegyensúlyok, Miskolci Egyetem, 2011
- [22] G. Sposito, C. Ward, P. Cawley, P.B. Nagy, C. Scruby: A review of nondestructive techniques for the detection of creep damage in power plant steels, 2010, NDT&E International, pp 555-567

- [23] P.Jain, M.Godbole: Review of magnetic hysteresis-based NDE of creep damage in power plant steels, Insight Vol. 54. No3 pp. 1-6.
- [24] Blitz J. (1991) Electrical and Magnetic Methods of Nondestructive Testing, Adam Hilger IOP Publishing, Ltd, Bristol
- [25] Devine M.K. (1992) Magnetic detection of material properties (1992) J. Min. Met. Mater. (JOM), pp. 24-30
- [26] Devine M.K., Kaminski D.A., Sipahi L.B. Jiles D.C. (1992) Detection of fatigue in structural steels by magnetic property measurements, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 1, pp. 249-253
- [27] Dobmann G., Altpeter I., Kopp M., Rabung M., Hubschen G. (2008) ND-materials characterization of neutron induced embrittlement in German nuclear reactor pressure vessel material by micromagnetic NDT techniques, Electromagnetic Nondestructive Evaluation (XI), p.54, IOS Press, ISBN 978-1-58603-896-0
- [28] Gillemot F., Pirfo Barroso S. (2010) Possibilities and difficulties of the NDE evaluation of irradiation degradation, Proceedings of 8th International Conference on Barkhausen Noise and Micromagnetic Testing (ICBM8) (ISBN 978-952-67247-2-0)
- [29] Jiles D.C. Introduction to the Principles of Materials Evaluation, CRC Press, 2008.
- [30] Jiles D.C. (1988) Review of magnetic methods for nondestructive evaluation, NDT International Vol. 21, p. 311
- [31] Jiles D.C. (2001) Magnetic methods in nondestructive testing, In: Encyclopedia of Materials Science and Technology, K.H.J. Buschow et al., Eds, p.6021, Elsevier Press, Oxford
- [32] P. J. Szabó: Microstructure development of creep resistant ferritic steel during creep Materials Science and Engineering A 387–389 (2004) 710–715
- [33] T.Bíró, P.J.Szabó: Effect of thermo-mechanical faigue on the microstructure of steels, Materials Science Forum Vols. 473-474 (2005) pp 183-188
- [34] P.J. Szabó TEM vizsgálati eredményei, személyes közlés.
- [35] Vértesy G., Tomáš I., Takahashi S., Kobayashi S, Kamada Y, Kikuchi H., (2008c) Inspection of steel degradation by Magnetic Adaptive Testing, NDT & E INTERNATIONAL, Vol. 41. pp. 252-257
- [36] A.A. Dubov: A study of metal properties using the method of magnetic memory, Metal Science and Heat Treatment Vol. 39. Nos. 9- 10, 1997, pp. 401-405
- [37] Varbai Balázs: Erőművi acélok leromlási folyamatainak koplex anyagvizsgálata, Diplomaterv, BME Gépészmérnöki Kar 2013. (Konzulens: Dr. Mészáros István)
- [38] Stablein, F and Steinitz, R Arch Eisenhüttenw. 8, 549 (1935)
- [39] Hidasi Béla, Szívós Sándor, Varga László : Mérőberendezés kemény mágnesek jellemzőinek meghatározására, Finommechanika, 11 évf, pp. 280-285
- [40] I. Tomáš, G. Vértesy, "Magnetic Adaptive Testing", chapter in book "Nondestructive Testing" (Editor M.Omar), InTech-d.o.o. - Open Access publisher: http://www.intechopen.com/articles/show/title/magnetic-adaptivetesting, (ISBN 979-953-307-487-9), 2012, pp: 145 – 186

- [41] Vértesy Gábor: Ferromágneses anyagok roncsolásmentes vizsgálata mágneses hiszterézis alhurkok mérése alapján, Fizikai Szemle, LXIII. évf. 2013/5, pp. 157-161.
- [42] D. STEGEMANN, W. REIMCHE, B. HEUTLING, A. KRYS: Characterisation of steel grades by Magnetoinductive method, NDT.net
- [43] D. STEGEMANN, W. REIMCHE, K.L. FEISTE, CH. REICHERT, M. BERNARD, W. WEBER: Characterization of reactor pressure vessel steels by magnetoinductive harmonic analysis, NDT.net
- [44] Simonyi Károly: Villamosságtan, Akadémiai kiadó 1973 (4. kiadás) p.534
- [45] P. J. Szabó: Mat. Sci. Forum, 473-474 (2005), p. 261
- [46] K. Simonyi, L. Zombory, Elméleti Villamosságtan, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 2000.
- [47] E. Della Torre: Magnetic Hysteresis (Whiley-IEEE, 2000)
- [48] H. Kronmüller, M. Fähnle: Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids. 2003 Cambridge University Press
- [49] F. Liorzou, B. Phelps, D. L. Atherthon, Macroscopic Models of Magnetization, IEEE Trans. Magn., vol. 36, 2000, pp. 418-427.
- [50] M. Lines, A. Glass: Principles and applications of ferroelectrics and related materials. Clarendon Press 1979, Oxford.
- [51] F. Ikhouane, J. Rodellar: Systems with Hysteresis: Analysis, Identification and Control Using the Bouc-Wen Model, Whiley 2007.
- [52] A. Cavallo, C. Natale, S. Pirozzi, C. Visone, "Effects of hysteresis compensation in feedback control systems," IEEE Transactions on Magnetics, vol. 39, no. 3, pp. 1389-1392, 2003.
- [53] Manual on Low Cycle Fatigue Testing, American Society for Testing Materials, ASTM International 1969, p. 193.
- [54] Fundamentals of metal fatigue analysis, J.A. Bannantine, J.J. Comer, J.L. Handrock, Prentice Hall 1990, p. 273.
- [55] Keynes, Post-Keynesianism and Political Economy, ed.by C.Sardony, P.Kriesler, Vol.3, Routhledge 1999, London.
- [56] D. Katzner: Hysteresis and the Modeling of Economic Phenomena, Review of Political Economy 1999, Taylor & Francis Journals, vol. 11(2), pp. 171-181.
- [57] Rod Cross, J. Darby, J. Ireland, L. Piscitelli, Hysteresis and Unemployment: a Preliminary Investigation, Computing in Economics and Finance 1999, 721, Society for Computational Economics.
- [58] Mayergoyz, Mathematical Models of Hysteresis, New York, Springer-Verlag, 1991.
- [59] A. Iványi, Hysteresis Models in Electromagnetic Computation, Akadémia Kiadó, Budapest, 1997.
- [60] G. Bertotti, Hysteresis in Magnetism, Academic Press, 1998.
- [61] D. C. Jiles, Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, Chapman and Hall, London, 1991.
- [62] E.C. Stoner, E.P. Wolhfarth: Phil. Trans, Royal Soc. (London), Vol. A240, p, 599, 1948.

- [63] E. C. Stoner, E. P. Wohlfarth, A Mechanism of Magnetic Hysteresis in Heterogeneous Alloys, (reprint), IEEE. Trans. Magn., vol. 27, No. 4, 1991, pp. 3475-3517.
- [64] Kuczmann M., Iványi A., The Finite Element Method in Magnetics, Akadémiai Kiadó, Budapest, 2008.
- [65] D. C. Jiles, D. L. Atherthon, Ferromagnetic hysteresis, IEEE Trans. Magn., vol. 19, 1983, pp. 2183-2185.
- [66] E. Della Torre, Gy. Kádár, Vector Preisach and Moving Model, J. Appl. Phys., vol. 63, 1988, pp. 3004-3006.
- [67] C. Ragusa, M. Repetto, Accurate Analysis of Magnetic Devices with Anisotropic Vector Hysteresis, J. Appl. Phys., vol. 275, 2000, pp. 92-98.
- [68] F. Preisach, Z. Phys. Vol. 94, p. 277, 1835.
- [69] J. Füzi J., A. Iványi, Isotropic Vector Preisach Particle, Physica B, Vol.275,2000, pp. 179-182.
- [70] I.D. Mayergoyz: Mathematical models of hysteresis, IEEE Transactions on Magnetics, VQL, MAG-22, No. 5, Sept. 1986, p.603
- [71] V. Basso, G. Bertotti, O. Bottauscio, M. Chiampi, F. Fiorillo, M. Repetto, Modelling of Soft Magnetic Materials in Electromagnetic Field Computation, Proceedings of 7th IGTE Symposium, Graz, Austria, 1996, pp. 508-513.
- [72] S. Chikazumi, Physics of Magnetism, John Wiley and Sons, New York, 1964.
- [73] R.M. Bozorth: Ferromagnetism, D.Van Nostrand Inc. 1951.
- [74] Szunyogh László: Nanomágnesség, Magyar Tudomány 175. évf. 2014/3. szám. pp. 286-293.
- [75] M. Ismail, F. Ikhouane, J. Rodellar: The Hysteresis Bouc-Wen Model, a Survey, Arch Comput Methods Eng (2009) 16: 161–188
- [76] C. Serpico, C. Visone: Magnetic hysteresis modeling via feed-forward neural networks, IEEE Trans. Magn., vol. 34, pp. 623–628, May 1998.
- [77] M. Kuczmann, A. Iványi: A New Neural-Network-Based Scalar Hysteresis Model, IEEE Transactions on Magnetics, Vol 38, No2, Mach 2002 p.857
- [78] F. Fiorillo: Measurements and Characterization of Magnetic Materials, (Elsevier Pub.Co.) 2004.
- [79] J. Takacs: Mathematics of Hysteresis Phenomena (Wiley-VCH Verlag, Weinheim) 2003.
- [80] J. Takacs: A phenomenological mathematical model of hysteresis, COMPEL Vol. 20 No.4,(2001), pp. 1002-1014.
- [81] C. Kittel, Introduction to Solid State Physics (8th ed.), pages 303-4 ISBN 978-0-471-41526-8
- [82] Fodor György: Lineáris rendszerek analízise, Műszaki Könyvkiadó, 1967.
- [83] The Scientific Letters and Papers of James Clerk Maxwell, Cambridge Univ. Press 1990, Vol1. pp. 1846-1862
- [84] B. Kosyakov: Introduction to the Classical Theory of Particles and Fields, Springer 2007, p. 127.

- [85] D. Dugdale, D.E. Dugdale: Essentials of Electromagnetism, American Institute of Physics, USA, Canada 1993, pp. 1993 363
- [86] W. J. Duffin: Electricity and magnetism, McGraw-Hill Higher Education, 1980
- [87] K. Levenberg: A Method for the Solution of Certain Non-Linear Problems in Least Squares. The Quarterly of Applied Mathematics Vol. 2, 1944, pp. 164–168.
- [88] T. Ohtani, H. Ogi, M. Hirao: Evolution of microstructure and acoustic damping during creep of a Cr–Mo–V ferritic steel, Acta Materialia 54 (2006) pp. 2705–2713
- [89] S.Kobayashi, M.Tanaka, T.Kimura, Y.Kamada, H.Kikuchi, S.Takahashi, T.Ohtani: Journal of Electrical Engineering, Vol 59. NO 8/s,(2008) p. 4
- [90] T.Ohtani, H.Ogi, M.Hirao: Acta Materialia Vol 54 (2006) p. 2705.
- [91] T.Ohtani, F.Yin, Y.Kamada: Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 47, No. 5, 2008.
- [92] Lőrinczi József-Szabó Zoltán-Zsámbók Dénes-Horváth Ákos: Acélok fejlesztési irányai; Bányászat és Kohászat 2004/3 (1-9)
- [93] Gulyás József-Verő Balázs-Horváth Ákos-Baross Botond: A TRIP-acélok gyártásához szükséges technológia tervezését megelőző vizsgálatok; Bányászat és Kohászat 2004/3 (10-16)
- [94] E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom: Deforming Texture Effects on Phase Transformation in Stainless Steels, Materials Science Forum Vols. 414-415. (2003) pp.281-288
- [95] E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom: Thermo mechanical Treatment of Stainless Steels, Materials Science Engineering A 378 (2004) pp.308-313
- [96] E. Nagy-V. Mertinger-F. Tranta-J. Sólyom: Investigation of Thermo mechanical Treated Austenitic Stainless Steel, Materials Science Forum Vols.473-474 (2005) pp.237-242
- [97] S. Zaefferer- J. Ohlert- W. Bleck: A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properities of low alloyed TRIP steel; Acta Materiala 52 (2765-2778)
- [98] L. Zhao-N. H. van Dijk-E. Brück-J. Sietsma-S. van der Zwaag: Magnetic and Xray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels; Materials Science and Engineering A313 (145-152)
- [99] J. Adamczyk, A. Grajcar: Structure and mechanical properties of DP-type and TRIP-type sheets obtained after the thermomechanical processing, J Mater Process Technol 2005; 162–163 pp 267–74.
- [100] L. Skalova, R. Divisova, L. Jandova: Thermo-mechanical processing of low-alloy TRIP steels, J Mater Process Technol 2006; 175 pp 387–92.
- [101] S.S.M. Tavares, J.M. Neto, M.R. da Silva, I.F. Vasconcelos, H.F.G. de Abreu; "Magnetic properties and α'martensite quantification in an AISI 301LN stainless steel deformed by cold rolling"; Materials characterization 59 (2008) 901–904
- [102] Mangonon PL, Thomas G; "The martensite phases in 304 stainless steel" Metall Trans 1970;1:1577–86.
- [103] M. Milad, N. Zreiba, F. Elhalouani, C. Baradai; "The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel"; journal of materials processing technology 203 (2008) 80–85

- [104] Jeom-Yong Choi and Won Jin; "Strain induced martensite formation and its effect on strain gardening behavior in the cold drawn 304 austenitic stainless steels"; Scripta Materialia, Vol. 36, No. 1, pp. 99-104, 1997
- [105] Seetharaman V, Krishnan P; "Influence of martensite transformations on the deformation behaviour of an AISI 316 stainless steel at low temperature"; J Mater Sci 1981;16:523–30.
- [106] AK. Srivastava, G. Jha, N. Gope, S, ingh SB: Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of cold rolled C–Mn–Si TRIP- aided steel, Mater Charact 2006; 57: pp.127–35.
- [107] Mangonon, P. L., Thomas, G. (1970) Metall. Trans., 1, 1577.
- [108] Speich, G. R. (1973) Metals Handbook, Vol. 8, 425.
- [109] Reed, R. P. (1962) Acta Met., Vol. 10, 865.
- [110] Murr, L. E., Standhammer, K. P. (1982) Scipta Met., 16, 713.
- [111] Harries, D. R. (1981) Physical metallurgy of iron-cromium-nickel austenitic stainless steels, Int. Conf. Mech. Behavoiur and Nuclear Applications of Stainless Steels at Elevated Temperatures, Varese, May 1981, London, Metals Society.
- [112] R.E. Scharamm, R.P. Reed: Stacking fault energies of austenitic stainless steels. Metall Trans 1975;6A:1345–51.
- [113] R.N. Gunn (editor): Duplex Stainless Steels, 1st ed., Abington Publishing Co. 1997.
- [114] J. Charles: Duplex Stainless Steels, Steel Research International, Vol.79, 2008, pp.455-465
- [115] J. Charles: Superduplex Stainless Steels: Structure and Properties, Int. Conf. On Duplex Stainless Steels, Beaune-Les Ulis Cedex 1991, pp. 151-168.
- [116] H.W. Hayden, S.Floreen; "The influence of martensite and ferrite on the properties of two-phase stainless steels having microduplex structure"; Metallurgical Transactions, Vol.1, July 1970-1955
- [117] Liljas Mats, Johansson Pelle, Liu Hui-Ping, Olsson Claes-Olof; " Development of a lean duplex stainless steel"; Steel Research International, v 79, n 6, p 466-473, June 2008
- [118] M. Liljas, P. Johansson, H.P. Liu, C. Olsson, Development of a lean duplex stainless steel, Steel Research International 79 (2008), 466-473.
- [119] I. Alteinberger, B. Scholtes, V. Martin, H. Oetel, Cyclic deformation and near surface microstructures of shot peened or deep rolled austenitic stainless steel AISI 304, Materials Science and Engineering A, 264 (1999) 1-16.
- [120] S.S.M. Tavares, M.R. da Silva, J.M. Pardal, H.F.G. Abreu, A.M. Gomes; "Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel"; Journal of Materials Processing Technology 180 (2006) 318–322
- [121] Stainless Steels, Ed. By: P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, Les Editions de Pysique Les Ultis 1993.
- [122] Stainless Steels, ASM Speciality Handbook, Ed. By J.R. Davis and Associates, ASM International 1994.

- [123] Seetharaman V, Krishnan P. Influence of the martensite transformations on the deformation behaviour of an AISI 316 stainless steel at low temperature. J Mater Sci 1981; 16, pp. 523–30.
- [124] S.S.M. Tavaresa, J.M. Netob, M.R. da Silvac, I.F. Vasconcelosd, H.F.G. de Abreud: Magnetic properties and α' martensite quantification in an AISI 301LN stainless steel deformed by cold rolling, Materials Characterization, Vol.59, 2008, pp. 901-904.
- [125] G. Vander Voort (Ed.), Atlas of Time-Temperature Diagrams for Irons and Steels, ASM International, 1991.
- [126] Nenno, Takaga, Osomi, Nishiyama, Electron microscope study of sigma phase precipitation in an Iron-Chromium-Nickel Alloy. 1963, pp. 222-231.
- [127] WEISBRODT-REISCH, BRUMMER, HADLER, WOLBANK, WERNER, Influence of temperature, cold deformation and a constant mechanical load on the microstructural stability of a nitrogen alloyed duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A, 416 (2006) pp 1–10.
- [128] HADJI, BADJI, Microstructure and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels After Cold Rolling, JMEPEG (2002) 11 pp 145-151.
- [129] M. Hättestrand, P. Larsson, G. Chai, J. Nilsson, J. Odqvist, Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450– 500 ∘C, Materials Science and Engineering A 499 (2009) 489–492.
- [130] H. Choa, K. Leeb, Effect of cold working and isothermal aging on the precipitation of sigma phase in 2205 duplex stainless steel, Materialscharacterization 75 (2013) 29-34.
- [131] Smith, H., West, D. R. F. (1974) J. Mat. Sci., 8, 1413.
- [132] G. Vértesy, A. Gasparics and J. Szöllösy, High sensitivity magnetic field sensor. Sens. Actuators A 85 (2000), pp. 202–208.
- [133] Kronmüller, H., Fähnle, M. (2003) *Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids*. Cambridge University Press

### 11. SAJÁT PUBLIKÁCIÓK

(a PhD fokozat megszerzése óta)

#### Folyóiratcikkek

- [S1] Tibor Berecz, Levente Balogh, István Mészáros, Ágoston Steinbach: The Radial Hardness-Profile and the Microstructure of Railroad Car Axle Materials Treated by Surface Rolling, Determined by Novel Examination Methods, MAT SCI ENG A-STRUCT 592: 95-101 (2014)
- [S2] I Mészáros, J. Ginsztler: Magnetic Testing of Power Plant Steel Deterioration, MATER SCI FORUM **?**: 1-6 (2014) (Közlésre elfogadva, megjelenés alatt)
- [S3] Tibor Berecz, István Mészáros: Studying of Microstructural Effects of Surface Rolling in Materials of Railway-car Wheel Axles by EBSD and NDT Magnetic Measurement, MATER SCI FORUM 729: 308-313 (2013)
- [S4] P Bassani, M Breda, K Brunelli, I Mészáros, F Passaretti, M Zanellato, I Calliari: Characterization of a Cold-Rolled 2101 Lean Duplex Stainless Steel, MICROSC MICROANAL 19: 988-995 (2013)
- [S5] I Mészáros: Thermal Induced Phase Transformations in Duplex Stainless Steel, MATER SCI FORUM **729**: 109-113 (2013)
- [S6] G Vértesy, I Mészáros, I Tomas: Nondestructive magnetic characterization of TRIP steels, NDT& E INT 54: 107-114 (2013)
- [S7] I Calliari, M Breda, E Ramous, I Mészáros: Phase transformations in duplex stainless steels: Metallographic and magnetic investigation, YEJIN FENXI 33: (7) 10-15 (2013)
- [S8] I Mészáros: A Novel VSM Magnetometer and Its Applications to Detect Induced Magnetic Anisotropy, J ELECTR ENG **63**: 35-38 (2012)
- [S9] I Mészáros, J Ginsztler: Magnetic testing of creep deterioration, PROC ENG 10: 990-995 (2011)
- [S10] I Mészáros: Magnetic Measurement and Model Based Characterisation of Phase Transformation in Lean Duplex Stainless Steel, MATER SCI FORUM 721: 96-101 (2012)
- [S11] I Mészáros: Magnetization curve modelling of soft magnetic alloys, J PHYS CONF SER 268: 1-6 (2011)
- [S12] S Baldo, I Mészáros: Effect of cold rolling on microstructure and magnetic properties in a metastable lean duplex stainless steel, J MATER SCI 45: 5339-5346 (2010)
- [S13] I Mészáros: Testing of stainless steel by double yoke DC magnetometer, J ELECTR ENG 61: (7/s) 1-4 (2010)
- [S14] I Mészáros, G. Vertesy: Modelling of normal magnetization curves of soft magnetic alloys, MATER SCI FORUM 659: 429-434 (2010)
- [S15] I Mészáros: Magnetic detection of creep deterioration, MATER SCI FORUM **659**: 325-330 (2010)
- [S16] Tibor Berecz, István Mészáros, Péter János Szabó: Decomposition of the Ferritic Phase in Isothermally Aged SAF 2507 Duplex Stainless Steel, MATER SCI FORUM 589: 185-190 (2008)
- [S17] J. Takacs, I. Mészáros: Separation of magnetic phases in alloys, PHYSICA B 403: 3137-3140 (2008)

- [S18] I Mészáros: Magnetic characterization of phase transformations in TRIP steels, J ELECTR ENG **59**: 86-89 (2008)
- [S19] I Mészáros: Hyperbolic model based data evaluation for magnetic NDE measurements, MATER SCI FORUM **589**: 251-256 (2008)
- [S20] I Mészáros: Decomposition of magnetic phases in alloys, MATER SCI FORUM 589: 245-250 (2008)
- [S21] J. Csizmadia, I. Mészáros: Magnetic saturation of poly(dimethyl-siloxane) matrix composites based magnetorheological elastomers, PERIOD POLYTECH MECH ENG 52: (1)3-8 (2008)
- [S22] J. Ginsztler, I. Mészáros: Thermal shock fatigueprocess induced magnetic anisotropy, MATER SCI FORUM 537-538: 419-424 (2007)
- [S23] I Mészáros: Rezgőmintás magnetométeres mérések az anyagvizsgálatban, ANYAGOK VILÁGA VII: (1) 1-10 (2007)
- [S24] I Mészáros, J Ginsztler: Magnetic investigation of thermal shock fatigue process, KEY ENG MATER 345-346: 1283-1286 (2007)
- [S25] I Mészáros: Development of a novel vibrating sample magnetometer, MATER SCI FORUM 537-538: 413-417 (2007)
- [S26] G Vértesy, I Tomás, I Mészáros: Non-destructive indication of plastic deformation of cold-rolled stainless steel by magnetic adaptive testing, J MAGN MAGN MATER **310**: 76-82 (2007)
- [S27] G Vértesy, I Tomas, I Mészáros: Investigation of experimental conditions in magnetic adaptive testing, J MAGN MAGN MATER **315**: 65-70 (2007)
- [S28] Vértesy Gábor, Uchimoto Tetsuya, Takagi Toshiyuki, Tomás Ivan, Stupakov O, Mészáros István, Pávó József: Minor hysteresis loops measurements for characterization of cast iron, PHYSICA B 372: (1-2) 156-159 (2006)
- [S29] I Mészáros: Magnetométeres mérések az anyagvizsgálatban, BKL KOHÁSZAT 139: 45-48 (2006)
- [S30] I Mészáros: Magnetic characterisation of duplex stainless steel, PHYSICA B 372: 181-184 (2006)
- [S31] I Mészáros: Complex magnetic characterisation of iron-silicon transformer sheets, J ELECTR ENG 57: (8S) 151-154 (2006)
- [S32] G Vértesy, I Tomáš, I Mészáros: Investigation of the magnetic yoke's influence in magnetic adaptive testing, J ELECTR ENG 57: 66-68 (2006)
- [S33] Mészáros I, Szabó P J: Complex magnetic and microstructural investigation of duplex stainless steel, NDT& E INT 38: (7) 517-521 (2005)
- [S34] I Mészáros, J Prohászka: Magnetic investigation of the effect of alpha- martensite on the properties of austenitic stainless steel, J MATER PROCESS TECH 161: 162-168 (2005)
- [S35] I Mészáros: Complex Magnetic Investigation of Ferritic Stainless Steel, MATER SCI FORUM 473-474: 231-236 (2005)
- [S36] G Vértesy, I Tomáš, I Mészáros: Nondestructive indication of plastic deformation of cold-rolled stainless steel by magnetic minor hysteresis loops measurement, J MAGN MAGN MATER 285: (3) 335-342 (2005)
- [S37] I Mészáros: Possibility of indirect hardness testing of duplex stainless steel, ANYAGOK VILÁGA 5: (1) 6 (2004)

- [S38] D O'Sullivan, M Cotterell, D A Tanner, I Mészáros: Characterisation of ferritic stainless steel by Barkhausen techniques, NONDESTRUCT TEST EVA 37: 489-496 (2004)
- [S39] D O Sullivan, M Cotterell, I Mészáros: The characterization of work-hardened austenitic stainless steel by NDT micro-magnetic techniques, NONDESTRUCT TEST EVA 37: 265-269 (2004)
- [S40] D O Sullivan, M Cotterell, S Cassidy, D A Tanner, I Mészáros: Magneto-acoustic emission for the characterisation of ferritic stainless steel microstructural state, J MAGN MAGN MATER 271: 381-389 (2004)
- [S41] N Babcsán, I Mészáros, N Hegman: Thermal and electrical conductivity measurements on metal foams, MATERIALWISS WERKST **34**: 391-394 (2003)
- [S42] I Mészáros: Micromagnetic Measurements and Their Applications, MATER SCI FORUM **414-415**: 275-280 (2003)
- [S43] D-H Kwak, I Mészáros: Antiferromágneses anyagból készített vékony rétegek mágneses ellenállása és szerkezete, ANYAGVIZSG LAPJA **2**: 56-58 (2002)

#### Könyvrészletek

- [S44] I Mészáros, J Ginsztler: Magnetic Investigation of Creep and Thermal Shock Fatigue Processes In: Baldev Raj, B K Choudhary, Anish Kumar(szerk.) Pressure Vessels and Piping: Inspection and Life Management. New Delhi: Narosa Publishing House, 2009. pp. 159-164. (Pressure Vessels and Piping; Vol. IV..) Inspection and Life Management (ISBN:978-81-8487-003-9)
- [S45] I Mészáros: Novel data evaluation technique for magnetic NDT measurements, In: M Bieth, J Whittle (szerk.) JRC Scientific and Technical Reports: NDE in Relation to Structural Integrity for Nuclear and Pressurised Components. Luxembourg: European Comission Joint Research Centre, Institute for Energy, 2008. pp. 390-396
- [S46] I Mészáros, J Dobránszky, Gy Nagy: Investigation of the Fatigue Processes of Superduplex and Austenitic Stainless Steels, In: Pávó József, Vértesy Gábor, Takagi Toshiyuki, Udpa Satish S (szerk.) Electromagnetic Nondestructive Evaluation (V). (21) Amsterdam: IOS Press, 2001. pp. 267-274. (Studies in Applied Electromagnetics and Mechanics; 21.) (ISBN:1586031554)

#### Konferencia előadások cikkei, proceeding-ek

- [S47] I Mészáros: Modelling of magnetization curves of soft magnetic alloys, In: International Conference "Magnetism and Metallurgy WMM'10"2010. pp. 331-335
- [S48] I Mészáros: Micromagnetic Testing of Cold Work Induced Martensite in Austenitic Stainless Steel: Proceedings Vol.3. In: Stainless Steel '99 Science and Market Conference1999. pp. 339-344
- [S49] M Breda, I Calliari, L Pezzato, M Magrini, I Mészáros, M Pizzo: Effect of Cold Deformation in Duplex Stainless Steels, In: EUROMAT 2013: European Conference and Exhibition on Advanced Materials and Processes, Organized by FEMS2013. pp. 1-4
- [S50] M Breda, I Mészáros: Characterization of a cold rolled 2101 Lean DSS, In: 10th EMAS Regional Workshop: Electron probe microanalysis of matarials today 2012. pp. 1-4

- [S51] I Mészáros: Magnetic Testing of Lean Duplex Stainless Steel, In: Gépészet 2012
  Eighth International Conference on Mechanical Engineering, Budapest: BME GMK, 2012. pp. 1-6, (ISBN:978-963-313-055-1)
- [S52] I Calliari, A Miranda Perez, G Tortoreto, I Mészáros: Magnetic and metallographic investigation of phase transformations in duplex stainless steels, In: 8th International workshop on Progress in Analytical Chemistry & Materials Characterisation in the Steel and Metals Industries, Luxemburg: 2011. pp. 347-352
- [S53] S Baldo, M Zanelatto, I Mészáros: Phase transformation in 2101 DSS after cold rolling, In: DUPLEX Stainless Steels 2010: DUPLEX 2010 AIME, 2010. pp. 10 (Konferenciaközlemény)
- [S54] S Baldo, G Fassina, I Calliary, E Ramous, I Mészáros: Caratterizzazione magnetica e microstrutturale dell'acciaio duplex 2101 dopo deformazione a freddo, In: AIM 33° National Conference AIM (Associazione Italiana di Metallurgia), 2010. pp. 1-10
- [S55] I Mészáros: Study of Phase Transformation in TRIP Steels, In: Stépán G, T. Szalay, Á. Antal, I. Gyurika (szerk.) Gépészet 2010: Proceedings of the Seventh Conference on Mechanical Engineering. Budapest: Budapest University of Technology and Economics, 2010. p. 006. (ISBN:978-963-313-007-0)
- [S56] Mészáros I, T. Majoros: Stablein-Steinitz measurement set up modernization, In: Stépán G, T. Szalay, Á. Antal, I. Gyurika (szerk.) Gépészet 2010: Proceedings of the Seventh Conference on Mechanical Engineering. Budapest: Budapest University of Technology and Economics, 2010. (ISBN:978-963-313-007-0)
- [S57] I Mészáros: Hyperbolic model based data evaluation technique for magnetic measurements, In: Váradi K, Vörös G (szerk.) 6. Országos Gépészeti Konferencia - Gépészet 2008: Proceedings of Sixth Conference on Mechanical Engineering Budapest: Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, 2008. pp. 4-8 (ISBN:978-963-420-947-8)
- [S58] J Szépvölgyi, I Mohai, L Gál, I Mészáros, J Gubicza: Synthesis of nickel-zinc ferrites in RF thermal plasma reactor, In: 10th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, June 17-21, 2007, Berlin, Germany, B867 (CD kiadvány) 2007. terjedelem: 4 oldal
- [S59] Tibor Berecz, Péter J. Szabó, István E. Sajó, István Mészáros: Measuring of the amount of σ-phase in isothermally aged duplex stainless steel, In: Penninger A, Kullmann L(szerk.) Proceedings of the Fifth Conference on Mechanical Engineering, GÉPÉSZET 2006. Budapest: BME OMIKK, 2006. pp. 1-6. (ISBN:963 593 465 3)
- [S60] I Mészáros: Magnetométeres mérések műszaki alkalmazásai, In: XXII. Hőkezelő és Anyagtudomány a Gépgyártásban Konferencia 2006. pp. 103-107
- [S61] I Mészáros: Development of vibrating sample magnetometer for material testing, In: Penninger A, Kullmann L(szerk.) Proceedings of the Fifth Conference on Mechanical Engineering, GÉPÉSZET 2006 Budapest: BME OMIKK, 2006. (ISBN:963 593 465 3)
- [S62] G Vértesy, I Tomáš, I Mészáros: Optimization of Material Characterization by Adaptive Testing, In: ICSC 2006 (Fourth International Conference on Soft Computing Applied in Computer and Economic Environments) 2006. pp. 57-63

- [S63] D H Kwak, I Mészáros, J Ginsztler, S W Nam: Analysis of thermal fatigue properties by Barkhausen effect on E911 heat-resistant steel, In: 19th. Conference on Mechanical Behaviors of Materials 2005. pp. 87-94
- [S64] T Bíró, I Mészáros, J Ginsztler: Magnetic investigation of the microstructural effects of creep and fatigue processes, In: Penninger A, Kullmann L, Vörös G(szerk.) GÉPÉSZET 2004: Proceedings of the Fourth Conference on Mechanical EngineeringBudapest: Budapest University of Technology and Economics, 2004. pp. 23-27 (ISBN:963 214 7480)
- [S65] I Mészáros: Complex magnetic investigation of duplex stainless steel, In: Penninger A, Kullmann L, Vörös G (szerk.) GÉPÉSZET 2004: Proceedings of the Fourth Conference on Mechanical Engineering Budapest: Budapest University of Technology and Economics, 2004. pp. 131-135 (ISBN:963 214 7480)
- [S66] D H Kwak, I Mészáros, J Ginsztler: TEM and magnetic microstructure test in the power plant pipeline material, In: Penninger A, Kullmann L, Vörös G(szerk.) GÉPÉSZET 2004: Proceedings of the Fourth Conference on Mechanical EngineeringBudapest: Budapest University of Technology and Economics, 2004. pp. 43-46 (ISBN:963 214 7480)
- [S67] I Mészáros: Complex magnetic investigation of creep and thermal shock fatigue processes, In: 13th Int. Conference on the Strength of Materials (ICSMA) 2003. p. 180
- [S68] D O Sullivan, M Cotterell, I Mészáros: The characterization of work-hardened austenitic stainless steel by NDT micro-magnetic techniques, In: 4th International Barkhausen Conference 2003. pp. 123-130
- [S69] N Babcsán, I Mészáros: Thermal and electrical conductivity measurements on aluminium foams, In: 2nd Int. Meeting on Space and Aerospace Materials Technology: ARCH Seibersdorf Research GmbH 2002. pp. 90-93
- [S70] E Xolin, J Dobránszky, I Mészáros: Effect of cold working temperature on the martensite formation in AISI 304 stainless steel, In: Penninger A, Ziaja Gy, Vörös G(szerk.) Gépészet 2002: Proceedings of the Third Conference on Mechanical Engineering, Budapest: Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, 2002. pp. 311-315, 1-2 (ISBN:963 699 1650)
- [S71] D-H Kwak, I Mészáros, J Ginsztler: Barkhausen noise test of thermal fatigue in a new metallic pipeline material, In: Penninger A, Ziaja Gy, Vörös G(szerk.) Gépészet 2002: Proceedings of the Third Conference on Mechanical Engineering Budapest: Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, 2002. pp. 145-148, 1-2 (ISBN:963 699 1650)
- [S72] J Dobránszky, I Mészáros, Gy Nagy: Mechanical and Thermal Induced Phase Transformations in Superduplex Stainless Steel, In: DUPLEX 2000, 6th World Conference and Expo,2000. pp. 385-393
- [S73] J Dobránszky, I Mészáros, D H Kwak, B Hidasi: Izothermal microstructural changes in superduplex stainless steel, In: K Molnár, Gy Ziaja, G Vörös (szerk.)Gépészet 2000: Proceedings of Second Conference on Mechanical Engineering(1) Budapest: Springer Orvosi Kiadó Kft., 2000. pp. 794-7981-2. (ISBN:963-699-117-0)
- [S74] I Mészáros, J Dobránszky, D H Kwak: The Influence of Microstructural Changes of Superduplex Stainless Steel on the Magnetic Barkhausen Noise, In: Steels and Materials for Power Plants, Series: Euromat 99.Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2000. pp. 176-181

- [S75] I Mészáros: Micromagnetic Investigation of the Fatigue Process of 18/10 Stainless Steel, In: Steels and Materials for Power Plants, Series: Euromat 99.Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2000. pp. 129-133
- [S76] I Mészáros, J Ginsztler, D H Kwak, J Lovas: Micromagnetic investigation of the fatigue process induced structural changes of austenitic stainless steel, In: K Molnár, Gy Ziaja, G Vörös szerk.) Gépészet 2000: Proceedings of Second Conference on Mechanical Engineering (1) Budapest: Springer Orvosi Kiadó Kft., 2000. pp. 262-2661-2. (ISBN:963-699-117-0)
- [S77] I Mészáros, B Hidasi, M Káldor: Barkhausen Noise Measurement of Strain Induced Martensite in Austenitic Stainless Steel, In: Molnár K, Ziaja Gy, Vörös G(szerk.) GÉPÉSZET '98: Proceedings of First Conference on Mechanical EngineeringBudapest: Springer Hungarica Kiadó, 1998. pp. 174-1781-2. kötet (ISBN:963-699-078-6)

#### Egyéb publikációk, szakmai előadások

- [S78] I Mészáros: Magnetic methods of material testing, Meghívott előadások Universita Degli Studi Di Padova, 5 óra előadás 2009 június 15-19. (2009)
- [S79] I Mészáros: Mágneses mérések MBDE kiértékelése, VI. Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Konferencia és Kiállítás; Eger, 2009. március 17-20.(CDkiadvány) (2009)
- [S80] I Mészáros: Ötvözetek mágneses tulajdonságú fázisainak vizsgálata a hiperbolikus modell alkalmazásával, Anyagvizsgálat a Gyakorlatban (AGY) 4, Szakmai szeminárium; Kecskemét, 2008. június 4-5.(CD- kiadvány) (2008)
- [S81] I Mészáros: Novel magnetic NDT measurement for remnant life estimation of power plant steels 3rd International Conference on Engineering Failure Analysis 2008. (ICEFA-III), July 13-16 2008. Sitges, Spain (2008)
- [S82] Szépvölgyi J, Gál L, Mohai I, Mészáros I, Gubicza J: Synthesis of spinel ferrites in radiofrequency thermal plasma reactor, Synthesis of Spinel Ferrites in Radiofrequency Thermal Plasma Reactor, In: Proceedings of the 18th International Symposium on Plasma Chemistry. Konferencia helye, ideje: Kyoto, Japán, 2007.08.26-2007.08.31. Paper ID-224. (ISBN:978-4-9903773-3-5)
- [S83] Mészáros I, Palotás B, Orosz Cs: Nagyszilárdságú TRIP-acélok hegesztett kötéseinek vizsgálata 3. Anyagvizsgálat a gyakorlatban Szakmai Szeminárium (3. AGY); Tengelic, 2006. június 1-2.(nyomtatásban nem jelent meg) (2006)
- [S84] I Mészáros: Rezgőmintás magnetométer alkalmazása az anyagvizsgálatban, 3. Anyagvizsgálat a gyakorlatban Szakmai Szeminárium (3. AGY); Tengelic, 2006. június 1-2. (nyomtatásban nem jelent meg) (2006)
- [S85] I Mészáros: Elektromágneses anyagvizsgálati módszerek néhány alkalmazása Magyar Tudományos Akadémia, Műszaki Tudományok Osztálya, Elektronikus Eszközök és Technológiák Bizottság ülése BME ATT; Budapest, 2005. 02. 07.(nyomtatásban nem jelent meg) (2005)
- [S86] G Vértesy, I Mészáros: Ferromágneses anyagok roncsolásmentes vizsgálata mágneses hiszterézis alhurkok mérése alapján, IV. Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Konferencia és Kiállítás; Eger, 2005. április 12-15. (nyomtatásban nem jelent meg) (2005)

- [S87] I Mészáros: Elektromágneses anyagvizsgálati módszerek néhány gyakorlati alkalmazása Anyagvizsgálat a Gyakorlatban (AGY 2.) Szakmai szeminárium; Dobogókő, 2004. június 10-11.(nyomtatásban nem jelent meg) (2004)
- [S88] I Mészáros: Complex magnetic investigation of stainless steels, Invited lecture on Materials Characterization and Metal Cutting Conference in Cork Institute of Technology; Ireland, Cork. 2004. 06. 25.(nyomtatásban nem jelent meg) (2004)
- [S89] G Vértesy, I Mészáros: Korszerű elektromágneses vizsgálati módszerek anyagtudományi háttere, Előadás az MTA Anyagtudományi és Technológiai Komplex Bizottsága szervezésében az Akadémia közgyűléséhez kapcsolódóan; Budapest, 2002. május 10.(nyomtatásban nem jelent meg) (2002)
- [S90] I Mészáros: A mágneses Barkhausen-zajmérés néhány ipari alkalmazása, II. Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Konferencia és Kiállítás; Eger, 2001. április 24-27.(nyomtatásban nem jelent meg) (2001)
- [S91] N Babcsán, I Mészáros: Thermal and electrical conductivity measurements on aluminium foams, In: J-Euromat 2002 Conference (2002)
- [S92] M Breda, L Pezzato, M Pizzo, I Mészáros, I Calliari: Effects of Cold Deformation in Duplex Stainless Steels, In: EUROMAT 2013.
- [S93] D-H Kwak, I Mészáros, J Ginsztler: Magnetic testing of thermal fatigue of a new metallic pipeline material, In: J-Euromat 2002 Lausanne: (2002)
- [S94] Aranyos J, Tábori L, Szabó P J, Mészáros I, Zsámbok D: Erőművi csővezetékek károsodásának roncsolásmentes vizsgálata, Tüzeléstechnika 2002 Konferencia (2002)
- [S95] J Ginsztler, P J Szabó, J Dobránszky, I Mészáros: EDS Analysis of Intermetallic Precipitations and Magnetic Barkhausen-noise Measurements in Thermally aged SAF 2507 Type Superduplex Stainless Steel, In: 7th European Workshop on Modern Development and Applications in Microbeam Analysis (EMAS 2001) 2001. p. 332
- [S96] I Mészáros: Az anyagok villamos vezetési tulajdonságai, In: Ginsztler J, Hidasi B, Dévényi L: Alkalmazott anyagtudomány. Budapest: Műegyetemi Kiadó, 2000. pp. 70-112. (ISBN:963 420 611 5)
- [S97] Mészáros István: Elektromos, mágneses és akusztikai tulajdonságok című fejezet, Anyagtudomány: Egyetemi tananyag. Pék Lajos (szerk.), Budapest: Typotex Kiadó, 2012. pp. 196-229
- [S98] Mészáros István, Berecz Tibor: Az anyagvizsgálat alapjai című fejezet, Anyagtudomány: Egyetemi tananyag. Pék Lajos (szerk.), Budapest: Typotex Kiadó, 2012. pp. 230-289

## FÜGGELÉKEK



A hiszterézismentes görbe (7) szerinti alakja.



A hiszterézismentes görbe vízszintes tengely menti (α) eltolásával keletkező görbék.



A hiszterézismentes görbe vízszintes tengely menti (α) és függőleges tengely menti (β) eltolásával keletkező görbék. A hiszterézis görbe fel- és lefutó szárai (9).



Az MH-modell alapján számított görbék. Lila: hiszterézismentes görbe, piros: normál görbe, pink: differenciális permeabilitás görbe, zöld: hiszterézis görbe.

### I. Függelék Szemléltető ábrasor a többfázisú hiperbolikus modell (MH-modell) felépítéséhez.

**II. Függelék** (Szemléltető ábrasor az MH-modell szerinti szimmetrikus belső hiszterézis hurkok származtatásához.)

Az MH-modell alapján számított szimmetrikus belső hiszterézis görbék. Piros: normál mágnesezési görbe, zöld: hiszterézis görbe.









III. Függelék (Szemléltető ábrasor az MH-modell illesztéséhez.

Mért minta: FeSi transzformátor lemez)





A normál mágnesezési görbe 200 darab, méréssel meghatározott pontja.

A mérési pontokra illesztett (MH-modell szerinti) normál mágnesezési görbe (piros).



Az MH-modell alapján számított görbék. Lila: hiszterézismentes görbe, piros: normál görbe, pink: differenciális permeabilitás görbe, zöld: hiszterézis görbe.

IV. Függelék (Szemléltető ábrasor a mágneses elemekre bontáshoz)

A 4.1 táblázatban szereplő S6 és S17 jelű mintákból összeállított modell minta mért és MHmodell szerinti számított mágnesezési görbéi.



Az S6+S17 mintakombináció normál mágnesezési görbéjének méréssel meghatározott pontjai (piros) és a mérési eredményekre illesztett, MH-modell szerinti normálgörbe (kék).



Az S17+ S6 mintakombináció MH-modell alapján számított görbéi.

Lila: hiszterézismentes görbe, piros: normál görbe, pink: differenciális permeabilitás görbe, zöld: hiszterézis görbe.



Az S6 minta MH-modell alapján (a dekompozíció módszerével) számított görbéi. Lila: hiszterézismentes görbe, piros: normál görbe, pink: differenciális permeabilitás görbe, zöld: hiszterézis görbe.





Az S17 minta MH-modell alapján (a dekompozíció módszerével) számított görbéi. Lila: hiszterézismentes görbe, piros: normál görbe, pink: differenciális permeabilitás görbe, zöld: hiszterézis görbe.

34,1 tf%, Hc=518 A/m

# V. Függelék

A 6.2.3 fejezet 1. mintasorozatának négy mintájáról készült EBSD fázistérképek.

Vizsgált korrózióálló acél: 2507 SDSS, hőkezelés: izotermikus, 60 perc időtartamig.

A színek kódolása: piros: ferrit, zöld: ausztenit, sárga: szigma-fázis, fekete: nem azonosított pont.



Boundary levels: 15° 22.00 μm = 50 steps Phase Kiindulási állapotú SDSS minta EBSD fázistérképe. Ferrit: 43%.



22.00 µm = 50 steps Phase


## dc\_839\_14



22.00 µm = 50 steps Phase

750 °C hőmérsékleten hőkezelt SDSS minta EBSD fázistérképe. Ferrit: 26%.



